

TESIS DE LA CARRERA DE  
DOCTORADO EN FÍSICA

**Diseño e implementación de MEMS para  
mediciones de transiciones de fase en sistemas  
de vórtices superconductores con desorden**

Diego J Perez

**Autor**

Hernán Pastoriza

**Director**

Julio de 2015

Instituto Balseiro  
Universidad Nacional de Cuyo  
Comisión Nacional de Energía Atómica

San Carlos de Bariloche,  
Argentina



*A Elvira*

*A mis padres Miguel y Gladys*



# Resumen

La presente tesis describe el estudio experimental del efecto de potenciales correlacionados desordenados en muestras mesoscópicas del superconductor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (YBCO). Para realizar estas medidas usamos la técnica de magnetometría de torque de alta sensibilidad implementando dispositivos micro-maquinados de Silicio (MEMS).

La existencia de vórtices en superconductores de alta temperatura en un rango amplio de temperaturas y campos magnéticos, sujetos a fluctuaciones térmicas y a potenciales de desorden, hace que el estudio de los mismos sea de gran importancia. Distintas fases de sólidos y líquido de vórtices han sido observadas en la estructura de vórtices en donde el sólido puede ser, según el tipo de defectos con el cual los vórtices interactúan, un cristal o un vidrio. La presencia de defectos correlacionados en una dirección, tales como defectos columnares o maclas, da lugar a la existencia de una transición de fase de segundo orden a una temperatura  $T^* < T_c$  desde un sólido vidrioso (denominado vidrio de Bose) al líquido de vórtices.

Para el estudio de la respuesta magnética de muestras de YBCO con una sola familia de maclas hemos diseñado, fabricado y caracterizado micro-magnetómetros con distintas sensibilidades y rangos de operación. La magnetometría de torque resulta ser un herramienta efectiva para reflejar las características termodinámicas de la transición del vidrio de Bose en discos de YBCO de  $100\text{ }\mu\text{m}$  de diámetro y  $10\text{ }\mu\text{m}$  de espesor. Los sensores torsionales utilizados en esta tesis son similares a los encontrados en la literatura, usados para medir la entrada individual de vórtices en una muestra superconductora o realizando las medidas más precisas reportadas de la fuerza Casimir.

Nuestros resultados presentan evidencia experimental de la transición de fase continua, revelando a una temperatura  $T^*$ , dependiente del ángulo y el campo magnético, la aparición de una magnetización en la dirección transversal. Esta magnetización apantalla la componente perpendicular del campo magnético aplicado. Esto último es conocido como efecto Meissner transversal y constituye la principal predicción de la teoría del vidrio de Bose.

**Palabras Claves:** superconductividad, micro-magnetómetros, transiciones de fase.



# Abstract

The present thesis describes the experimental study of the effect of correlated potentials in mesoscopic superconducting samples  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (YBCO). To perform these measurements, we use a high-sensitivity torque magnetometry technique implementing Microelectromechanical systems (MEMS).

The existence of vortices in high temperature superconductors in a wide range of temperatures and magnetic fields, in presence of thermal fluctuations and potential of disorder, makes the study of them of great importance. Different vortex solids and vortex liquid phases have been observed in the vortex structure where the solid can be a crystal or a glass, depending on the type of defects with which the vortices interact. The presence of correlated defects in a sample direction, such as columnar or twin boundaries, results in the existence of a second order phase transition at a temperature,  $T^* < T_c$  from a glassy solid state called Bose glass to the vortex liquid.

For the study of the magnetic response of YBCO samples with a single family of twin boundaries, we have designed, fabricated and characterized micro-magnetometers with different sensitivities and operating ranges. Torque magnetometry using these devices turns out to be an effective tool to reflect the thermodynamic characteristics of the Bose glass transition in 100um-disk of YBCO. The torsional sensors are similar to those found in the literature, used to measure change in magnetizations due to individual vortices within a superconducting sample or performing the most precise measurements reported of the Casimir force.

Our results present thermodynamic evidence of a continue phase transition, revealing at a temperature  $T$ , that dependent on the angle and the magnetic field, the appearance of a magnetization in the transverse direction. This magnetization shields the perpendicular component of the applied field. This is known as a transverse Meissner effect and constitutes the main prediction of the Bose glass theory.

**Keywords:** superconductivity, micro-magnetometers, phase transitions





# Índice General

<b>I</b>	<b>Introducción</b>	<b>1</b>
<b>1</b>	<b>Magnetometría de muestras mesoscópicas</b>	<b>3</b>
1.1	Magnetometría de Torque . . . . .	3
1.2	Esquema de la tesis . . . . .	4
<b>2</b>	<b>El vidrio de Bose en sistemas de vórtices en <math>\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}</math> con maclas</b>	<b>7</b>
2.1	Transiciones de fase . . . . .	7
2.1.1	Transición de fase continua . . . . .	8
2.2	Superconductividad . . . . .	8
2.2.1	Superconductividad de alta temperatura crítica . . . . .	9
2.2.2	Fluctuaciones térmicas . . . . .	10
2.2.3	Efecto de los potenciales de anclaje . . . . .	11
2.3	El vidrio de Bose . . . . .	12
2.3.1	Efecto Meissner transversal . . . . .	14
2.4	Antecedentes experimentales de la existencia del vidrio de Bose . . . . .	16
2.4.1	Medidas de transporte . . . . .	16
2.4.2	Corrientes de apantallamiento . . . . .	17
<b>II</b>	<b>Micro-magnetómetros</b>	<b>19</b>
<b>3</b>	<b>Micro-magnetómetros torsionales de Silicio</b>	<b>21</b>
3.1	Diseño y Fabricación . . . . .	22
3.1.1	Proceso de fabricación y propiedades mecánicas . . . . .	23
3.1.2	Frecuencia de resonancia . . . . .	26
3.1.3	Fabricación de los micro-osciladores mecánicos . . . . .	28
3.2	Post-procesamiento . . . . .	30
3.2.1	Liberado de las estructuras móviles y secado del sensor . . . . .	30
3.2.2	Efectos del <i>stress</i> sobre la forma de la paleta . . . . .	32
3.3	Conclusiones . . . . .	34
<b>4</b>	<b>Modelo y caracterización capacitiva de los micro-magnetómetros</b>	<b>35</b>
4.1	Modelo del micro-oscilador torsional . . . . .	35
4.2	Efecto de <i>pull-in</i> . . . . .	38
4.2.1	<i>Pull-in</i> torsional tradicional . . . . .	38

4.2.2	<i>Pull-in</i> torsional en una configuración alternativa . . . . .	41
4.3	Caracterización . . . . .	43
4.3.1	Caracterización óptica . . . . .	44
4.3.2	Caracterización capacitiva . . . . .	47
4.3.2.1	Capacímetro de alta precisión . . . . .	47
4.3.2.2	Medidas de Capacidad . . . . .	48
4.3.2.3	Rango de estabilidad del micro-oscilador . . . . .	51
4.4	Conclusiones . . . . .	53
<b>III</b>	<b>Detalles Experimentales</b>	<b>55</b>
<b>5</b>	<b>Fabricación de Discos Superconductores de YBCO</b>	<b>57</b>
5.1	Cristales maclados de YBCO . . . . .	58
5.2	Focused ion beam (FIB) . . . . .	60
5.3	Fabricación de los discos maclados de YBCO . . . . .	62
5.3.1	Recuperación y manipulación de los discos . . . . .	65
5.4	Caracterización de las muestras . . . . .	65
5.4.1	Decoración Magnética de Bitter . . . . .	66
5.5	Conclusiones . . . . .	70
<b>6</b>	<b>Setup Experimental para las medidas de magnetización</b>	<b>71</b>
6.1	Preparación del micro-magnetómetro para el montaje en el crióstato	71
6.2	Crióstato . . . . .	74
6.2.1	Protocolos de medición . . . . .	76
6.3	Configuración capacitiva . . . . .	76
6.4	Conclusiones . . . . .	78
<b>IV</b>	<b>Resultados</b>	<b>79</b>
<b>7</b>	<b>Evidencia Termodinámica de la transición del vidrio de Bose</b>	<b>81</b>
7.1	Torque magnético cerca de $T_c$ . . . . .	82
7.1.1	Análisis de la respuesta del oscilador . . . . .	83
7.1.2	Magnetización $M_c$ . . . . .	87
7.2	Magnetización Transversal . . . . .	88
7.2.1	Campo Magnético 1 T . . . . .	88
7.2.2	Campo Magnético 2 T . . . . .	90
7.2.3	Breve discusión de una medida ZFC . . . . .	94
7.3	Comparación con distintos campos . . . . .	95
7.4	Discusión Final . . . . .	96
7.5	Conclusiones . . . . .	98
<b>V</b>	<b>Conclusiones Generales</b>	<b>99</b>
<b>8</b>	<b>Conclusiones Generales</b>	<b>101</b>

<b>A</b>	<b>Estudio del <i>pull-in</i> para el actuador de placas paralelas</b>	<b>103</b>
A.1	Configuración tradicional del actuador de placas paralelas . . . . .	103
A.2	Configuración Alternativa: Placa móvil entre placas paralelas . . . .	105
<b>B</b>	<b>Estudio de la asimetría de la muestra</b>	<b>109</b>
B.1	Asimetría . . . . .	109
B.2	Comparación con los valores medidos . . . . .	110
	<b>Bibliografía</b>	<b>113</b>



# PARTE I

## **Introducción**



# Magnetometría de muestras mesoscópicas

El objetivo principal de esta tesis es medir la respuesta magnética de muestras mesoscópicas de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (YBCO) con desorden correlacionado y estudiar el comportamiento de las fases superconductoras de vórtices presentes. Para lograr esto debemos implementar instrumentos suficientemente sensibles que nos permitan medir las pequeñas señales que estas muestras generan.

Los magnetómetros convencionales tales como magnetómetros de muestra vibrante VSM y magnetómetros SQUID poseen altas sensibilidades aceptables de  $10^{-12} \text{ A}\cdot\text{m}^2$  (o  $10^{-9} \text{ emu}$ ), pero no están diseñados para medir y caracterizar muestras de tamaño mesoscópico. En general estos instrumentos presentan relaciones de señal/ruido bajas para este tipo de muestras [1, 2].

Otros magnetómetros tales como los microSQUIDS (*micro Superconducting Quantum Interference Devices*) [3] o AGMs (*alternate gradient magnetometers*) [4] poseen altas sensibilidades pero sus características los hacen poco útiles para el tipo de mediciones que deseamos realizar. Los primeros son muy sensibles sólo a bajos campos magnéticos y temperaturas, lo cual como veremos esta fuera de los requerimientos de nuestro experimento. En el caso de los AGMs la señal medida depende fuertemente de la geometría de la muestra y de la posición de ésta respecto al gradiente del campo.

Altas sensibilidades son alcanzadas cuando el volumen de la muestra es comparable con el volumen del sensor, permitiendo medidas magnéticas de muestras con un momento magnético total más pequeño que el detectable por magnetómetros convencionales. Los micro-osciladores torsionales, utilizados como magnetómetros de torque, poseen sensibilidades que van desde  $10^{-14}$  a  $10^{-17} \text{ A}\cdot\text{m}^2$  y se caracterizan por operar sin problemas a altos campos y bajas temperaturas. Por lo tanto, la implementación de estos magnetómetros como dispositivo de medición es indispensable para cumplir con nuestros objetivos.

## 1.1 Magnetometría de Torque

Distintos trabajos han sido reportados implementando la técnica de magnetometría de torque al estudio de sistemas de vórtices en superconductores de alta temperatura crítica sin defectos [5] y con maclas [6, 7]. Sin embargo estos estudios fueron realizados en muestras macroscópicas y con el uso de magnetómetros convencionales.

Medidas de la dependencia angular del torque en muestras de YBCO con defectos columnares usando un micro-torquímetro también han sido reportadas [8].

La magnetometría de torque usando dispositivos micro-mecánicos MEMS <sup>1</sup> se destaca por ser un método extremadamente sensible para estudiar sistemas magnéticos. Las pequeñas constantes elásticas que poseen los osciladores micrométricos permite determinar pequeños cambios de torque. Estas constantes además pueden ser consideradas independientes de la temperatura [9]. De esta forma podemos estar seguros que los cambios observados en la señal de torque del sistema oscilador-muestra a distintas temperaturas se deben a las propiedades intrínsecas de la muestra. La idea de la técnica es la siguiente: en un campo magnético aplicado,  $H$ , la magnetización,  $M$ , de una muestra magnética solidaria al resonador experimenta un torque:

$$\vec{\tau} = \vec{M} \times \vec{H} \quad (1.1)$$

el cual causa un efecto medible sobre el micro-oscilador [10, 11]. Dependiendo de las características del experimento este efecto se presenta como:

- un desplazamiento estático del micro-oscilador desde su posición de equilibrio,
- un forzamiento sobre el movimiento oscilatorio del micro-oscilador,
- una variación en la frecuencia de resonancia del micro-oscilador,
- una variación en la disipación del micro-oscilador

Nosotros nos enfocaremos en el primero de estos métodos, es decir, computaremos los cambios de la posición de equilibrio mediante un método de detección capacitivo. Esta elección será fundamentada más adelante, sobre la base de la necesidad de acceder a las propiedades termodinámicas del sistema.

## 1.2 Esquema de la tesis

Este trabajo de tesis esta organizado como se detalla a continuación. En el Capítulo 2 expondremos la teoría básica de la transición del vidrio de Bose en superconductores de alta temperatura crítica centrándonos en una de sus consecuencias fundamentales, el *efecto Meissner transversal*. La existencia o no de este efecto puede servir para confirmar o disipar conclusiones de esta teoría.

En los siguientes capítulos mostraremos las características principales referidas al diseño y fabricación de los micro-magnetómetros torsionales de Silicio (Capítulo 3) y la caracterización capacitiva de los mismos (Capítulo 4). Con los sensores fabricados y caracterizados, abordaremos una técnica especial de corte que nos permitirá adecuar el tamaño y geometría de las muestras al detector de nuestro magnetómetro micrométrico (Capítulo 5).

En el Capítulo 6 describiremos en detalle el *setup* experimental usado para las medidas de magnetización a bajas temperaturas y altos campos. Finalmente, en el Capítulo 7 mostramos los resultados obtenidos de la respuesta magnética de un

---

<sup>1</sup>Micro Electro Mechanical Systems.



---

disco superconductor de YBCO con defectos correlacionados cuando modificamos la temperatura, la magnitud del campo magnético y el ángulo de inclinación del campo respecto al eje  $\hat{c}$  de la muestra.



# El vidrio de Bose en sistemas de vórtices en $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ con maclas

En este capítulo realizaremos una introducción a los superconductores de alta temperatura crítica, su fenomenología y estructuras de vórtices. Presentaremos las consecuencias principales que se desprenden de la teoría de la fase denominada vidrio de Bose (Bose-glass). Finalmente, discutiremos los antecedentes experimentales más importantes enmarcados en dos grandes categorías: medidas de transporte y medidas de corriente de apantallamiento.

## 2.1 Transiciones de fase

Si bien estamos familiarizados con procesos tales como la evaporación o fusión de una sustancia pura, las transiciones de fase son fenómenos muy generales que ocurren en una gran variedad de sistemas y bajo diferentes condiciones. Ejemplos de transiciones de fase incluyen ordenamientos magnéticos, condensación electrónica, superconductividad, superfluidez, cambios estructurales en sistemas de vórtices y muchas otras.

Formalmente Ehrenfest y posteriormente Fisher [12, 13] propusieron una clasificación para las transiciones de fase, con el fin de comparar y agrupar propiedades comunes. En los cambios de fase denominados de primer orden, las derivadas de primer orden de la energía libre experimentan variaciones (discontinuidades) finitas durante el cambio. En contraposición a esto, hay cambios de fase donde las derivadas de primer orden son las mismas al final y al principio del cambio de fase. En tales casos se producirán variaciones finitas (o infinitas) de las derivadas de segundo orden de la energía libre. Tales cambios se denominan cambios de fase de segundo orden o transiciones continuas.

La evaporación de un líquido exhibe estos dos comportamientos termodinámicos sobre la curva de coexistencia líquido-vapor. En todos los puntos de la curva excepto en el punto crítico, un calor latente (cambio de entropía) y una discontinuidad en la densidad (cambio de volumen) son observados. Dado que el cambio en la energía libre es:

$$dg = -sdT + vdP$$

$$s = \left( \frac{\partial g}{\partial T} \right)_p$$

y

$$v = - \left( \frac{\partial g}{\partial P} \right)_T$$

, saltos finitos de  $s$  y  $v$  indican una transición de primer orden. En el punto crítico, por el contrario, el sistema pasa desde la fase líquida a la fase vapor a través de una transición continua, sin cambio apreciable en la densidad.

### 2.1.1 Transición de fase continua

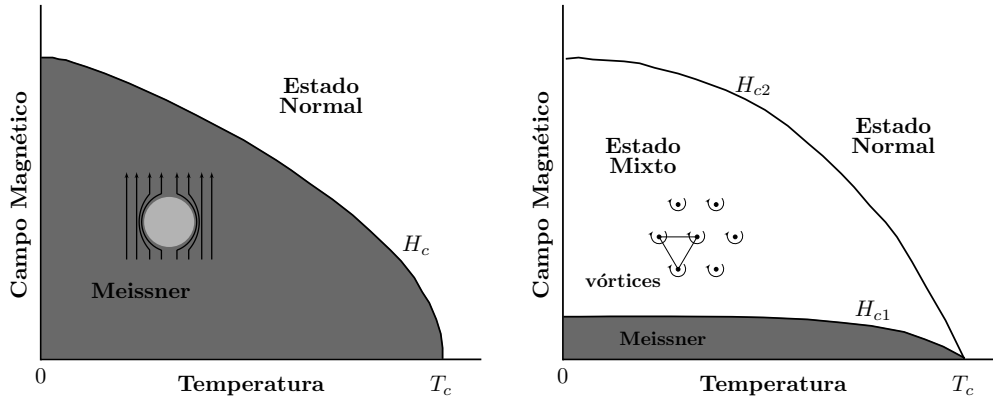
Una transición continua implica el paso gradual a través de un parámetro de control, generalmente la temperatura, entre la estabilidad de una fase hacia la estabilidad de otra fase, de simetría distinta. A medida que varía la temperatura, en un régimen denominado de fluctuaciones, regiones de la muestra de radio característico  $r_c$  y vida media  $\tau$  estarán temporalmente en la segunda fase. Es decir, la segunda fase crece a expensas de la primera. La temperatura de transición  $T_c$  se manifiesta cuando la longitud de correlación  $r_c$  se vuelve infinita. En este punto, el orden existe a cualquier escala y se dice que el sistema posee un orden de largo alcance. Esto define una zona crítica cercana al punto de transición, completamente dominada por las fluctuaciones [13, 14].

## 2.2 Superconductividad

Como podemos observar en la figura 2.1, el diagrama de fase de los superconductores Tipo I muestra un estado Meissner donde el superconductor repele al campo hasta un campo crítico  $H_c$ . Mientras que los superconductores Tipo II tienen, además del estado Meissner para  $H_{c1}(T) < H_c$ , una fase conocida como estado mixto o fase de Shubnikov, entre  $H_{c1} < H < H_{c2}$ . Abrikosov mostró que estas líneas de flujo, con interacción repulsiva entre sí y confinadas dentro del superconductor, forman una red triangular con un parámetro de red  $a_0 = \sqrt{2\phi_0/\sqrt{3}B}$ . Al incrementar el campo magnético, la densidad de líneas de flujo crece ( $a_0$  disminuye) hasta alcanzar el campo crítico  $H_{c2}$  donde los núcleos de los vórtices se superponen. Para campos mayores que  $H_{c2}$  se pierde la superconductividad.

Casi 40 años después del descubrimiento de la superconductividad, basándose en que la transición superconductor a campo nulo es de segundo orden, Ginzburg y Landau (GL) [15] desarrollaron una teoría fenomenológica de la superconductividad. Esta teoría plantea el desarrollo de la energía libre en series de potencias del parámetro  $\psi$  y sus derivadas.

$$F = \int d^3x \left[ a |\psi|^2 + b |\psi|^4 + \frac{1}{2m^*} \left| \left( \vec{\nabla} + i\hbar e^* \vec{A} \right) \psi \right|^2 + \frac{1}{2\mu_0} \left( \vec{\nabla} \times \vec{A} - \vec{H} \right)^2 \right] \quad (2.1)$$



**Figura 2.1:** Esquema del diagrama de fases según la teoría de GL, para superconductores Tipo I (izquierda) y Tipo II (derecha).

donde  $\vec{A}$  es el potencial vector,  $\vec{H}$  el campo externo aplicado,  $a$  y  $b$  son parámetros fenomenológicos. El parámetro de orden complejo  $\psi$  es de la forma  $e^{i\phi}$  y su módulo representa la densidad de electrones superconductores. Los valores  $m^*$  y  $e^*$  representan la masa y carga de los pares superconductores, como fue determinado posteriormente desde la teoría microscópica de la superconductividad desarrollada por Bardeen, Cooper y Schrieffer (teoría BCS) [16].

Dentro de la teoría GL se distinguen dos longitudes fundamentales: la longitud  $\xi$  de variación del parámetro de orden y la longitud de penetración  $\lambda$  a lo largo de la cual es apantallado el campo magnético. El tipo de superconductividad está definido por el parámetro  $\kappa = \lambda/\xi$ , asociado a una energía de interfase material superconductor-normal. Si  $\kappa < \sqrt{2}$  esta energía es positiva y por lo tanto el sistema evita formar interfaces de este tipo, y el material es siempre superconductor o normal (Tipo I). Si  $\kappa > \sqrt{2}$  esta energía es negativa, y al sistema le conviene formar zonas normales separadas por zonas superconductoras (Tipo II). Para este caso, Abrikosov [17] encontró que la ecuación (2.1) tiene una solución, donde es energéticamente favorable dejar penetrar el campo magnético en la muestra en unidades cuantizadas del flujo ( $\Phi_0 = 2 \times 10^{-7} \text{ G cm}^2$ ) denominadas vórtices. Los vórtices son tubos con un núcleo de tamaño  $\sim \xi$  donde el parámetro de orden se deprime gradualmente hasta anularse en el eje. Y las corrientes superconductoras giran en torno a él en una distancia característica  $\lambda$ .

### 2.2.1 Superconductividad de alta temperatura crítica

Un importante avance en la física del estado sólido y particularmente en la superconductividad se produce en 1986 cuando Bednorz y Müller [18] descubren la superconductividad de alta temperatura crítica (SAT) en un compuesto de Lantano, Bario, Cobre y Oxígeno. El descubrimiento no sólo fue importante debido al incremento de  $T_c$ , sino que puso en escena a los óxidos mixtos como una nueva clase de

materiales superconductores con gran potencial [19, 20]. Entre estos, se destacan familias de cupratos (con estructura de perovskita) tales como el  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (YBCO) y el  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  (BSCOO), con temperaturas críticas de aproximadamente 93 y 89.5 K respectivamente. A diferencia de los superconductores convencionales, la teoría BCS no describe adecuadamente el comportamiento de estos materiales y hasta el presente no se ha consolidado una teoría que explique los mecanismos microscópicos que hacen posible la superconductividad a alta temperatura.

Debido a que los SAT son de tipo II extremo ( $\kappa \gg 1$ ) su fenomenología esta dominada por la presencia de vórtices en la mayor parte del diagrama de fase. Una gran variedad y riqueza en fases de vórtices se presentan debido a la interrelación de tres distintas escalas de energías. La energía de interacción entre vórtices, que favorece la formación de la red cristalina de Abrikosov, la energía térmica relativamente grande, que favorece la formación de la fase líquida de vórtices y la energía de anclaje, debido a la presencia de defectos en el material distribuidos al azar que favorecen la formación de un sólido desordenado. Adicionalmente en los SAT la anisotropía juega un rol fundamental en las propiedades superconductoras de estos materiales.

A continuación, describiremos en detalle el efecto de las fluctuaciones térmicas y el anclaje en el diagrama de fases de los superconductores tipo II.

### 2.2.2 Fluctuaciones térmicas

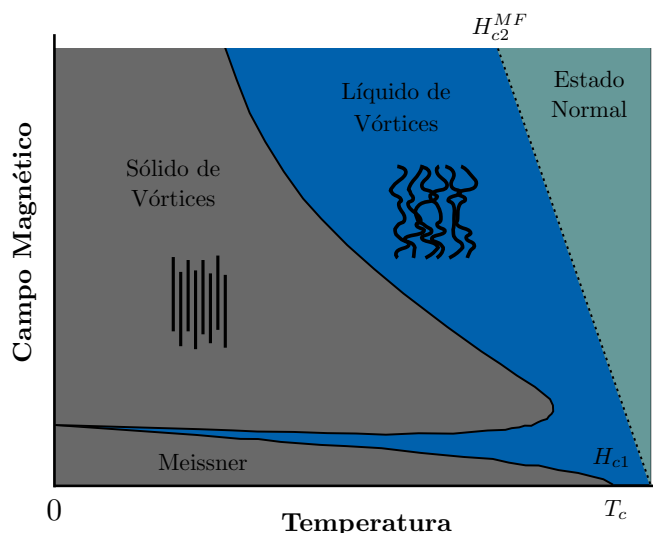
Las fluctuaciones térmicas son responsables de modificar el estado mixto generando una región de un sólido de vórtices a bajas temperaturas y un líquido a altas temperaturas. La temperatura provoca desplazamientos de los vórtices de su posición de equilibrio. Una medida de la importancia de las fluctuaciones térmicas es provista por el *número de Ginzburg*  $G_i$  definido como [19]:

$$G_i = \frac{1}{2} \left[ \frac{k_B T_c}{H_c^2(0) \epsilon \xi^3(0)} \right]^2 \quad (2.2)$$

donde  $\epsilon$  representa la anisotropía del material. Este número resulta de la comparación entre la energía de condensación superconductora en un volumen  $\xi^3$  y la energía térmica  $k_B T_c$ . En los SAT  $G_i \approx 10^{-2}$  ( $10^5$  veces mayor que para superconductores convencionales). Cuanto más grande sea este número más importantes son las fluctuaciones térmicas.

Ya en 1985 Brézin *et al.* [21] estudiaron el efecto de las fluctuaciones térmicas en la red de vórtices mediante la técnica de grupo de renormalización. Mostraron que la transición continua de la red de Abrikosov en campo medio es reemplazada por una transición de primer orden. D. R. Nelson [22] estudió como las fluctuaciones afectan a la red de vórtices en las cercanías de  $H_{c1}$ . Encontró que al aumentar la temperatura la red de Abrikosov es inestable. Posteriormente el mismo razonamiento fue aplicado en las cercanías de  $H_{c2}$ . El diagrama de fases modificado por el efecto de las fluctuaciones térmicas (figura 2.2) consta de un líquido de vórtices por debajo de  $H_{c2}$  con una reentrancia (no comprobada experimentalmente) cerca del valor de  $H_{c1}$ . En esta fase fluida los vórtices fluctúan continuamente de manera que promedian a cero el potencial de anclaje, son altamente móviles y por lo tanto reaccionan a

fuerzas externas dando lugar a una resistividad no nula y además presentan curvas de magnetización reversibles.



**Figura 2.2:** Esquema de diagrama de fases de un superconductor tipo II con el efecto de las fluctuaciones térmicas. El estado Meissner se reduce a una franja delgada de campos y la presencia de vórtices domina completamente el diagrama. La red de vórtices es reemplazada por un sólido, y por un líquido de vórtices de altas temperaturas.

Los primeros resultados experimentales que aportaron evidencias de una fusión de la red de vórtices a un líquido de vórtices al aumentar la temperatura fueron dados por Gammel y colaboradores usando un oscilador mecánico [23]. Sin embargo, algunos experimentos [24, 25] apuntaban a una transición continua en lugar de la transición de primer orden predicha por Nelson. Esto fue resuelto usando muestras con muy bajos potenciales externos, es decir, donde las interacciones entre vórtices son dominantes. Utilizando medidas de transporte en el plano  $ab$  en cristales de YBCO sin maclas con el campo paralelo al eje  $\hat{c}$ , Safar *et al.* [26] mostraron que la resistividad decrece suavemente a medida que la temperatura disminuye, hasta llegar a una cierta temperatura  $T_m$ , donde se observa una caída abrupta. En el caso del BSCCO, y mediante mediciones de magnetización Pastoriza *et al.* [27] mostraron la presencia de un salto en la temperatura de fusión. La medida de calor específico en cristales de YBCO sin maclas realizada por Schilling *et al.* [28][28] terminó por disipar cualquier tipo de dudas sobre la naturaleza de la transición de primer orden.

### 2.2.3 Efecto de los potenciales de anclaje

Altas densidades de corriente crítica pueden ser obtenidas en superconductores de alta temperatura crítica solo si los vórtices en la muestra son restringidos en movimiento siendo anclados en defectos microscópicos comparados en tamaño a la longitud de coherencia que determina el radio del vórtice [20].

La introducción de desorden o más generalmente de potenciales externos cambia radicalmente el escenario. A bajos campos y temperaturas y en presencia de anclaje de *bulk* puntual, aleatorio y denso, encontramos un estado cuasi-ordenado denominado Vidrio de Bragg (*Bragg Glass*) [29, 30, 31]. Esta fase presenta orden posicional de cuasi-largo alcance y por lo tanto los picos de difracción de la estructura divergen algebraicamente (picos de Bragg). Esta fase es muy ordenada, casi como una red de Abrikosov perfecta pero caracterizada por presentar tiempos de relajación largos, por lo que dinámicamente se comporta como un vidrio.

En muestras con grandes cantidades de desorden puntual, inducido por irradiación de electrones o con presencia de defectos correlacionados tales como maclas o defectos columnares, el efecto del desorden sobre la transición de fusión es dramático, destruyendo la transición de primer orden e induciendo un estado vítreo el cual se funde bajo una transición de fase continua. M. Fisher propuso [32] y desarrolló [33] un modelo para sistemas dominados por defectos puntuales en el cual postula la existencia de una fase vítrea denominada “vortex glass”(VG) con un estado fundamental caracterizado por desorden topológico. En el modelo planteado por Fisher, las interacciones vórtice-defecto son tan importantes como las vórtice-vórtice, por lo que el desorden no es considerado como una simple perturbación del sistema. Medidas de alta sensibilidad realizadas por Gammel *et al.* [25] en cristales de YBCO proveen evidencias de esta transición de vortex-glass.

Posteriormente, Nelson y Vinokur [34, 35] propusieron un modelo llamado vidrio de Bose (o “Bose glass”), en el cual tenían en cuenta la presencia de desorden correlacionado. Uno de los objetivos de la presente tesis es estudiar el carácter termodinámico de la transición del vidrio de Bose, por lo que discutiremos esto con más detalle en las secciones siguientes.

## 2.3 El vidrio de Bose

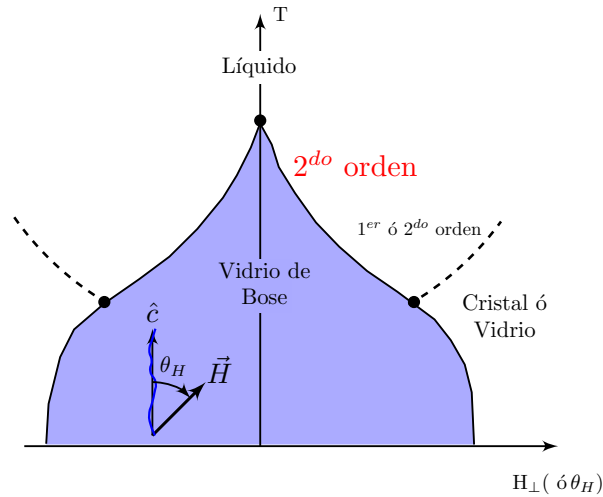
Los defectos correlacionados (o extendidos) son defectos (naturales o artificiales) que van de lado a lado de la muestra. Estos defectos pueden ser debidos al proceso de preparación de la muestra (por ejemplo maclas y dislocaciones helicoidales) o defectos columnares generados artificialmente introducidos a través de irradiación de iones-pesados [36]. Si bien todas las muestras reales contienen defectos puntuales, sus efectos pueden ser despreciables en presencia de defectos correlacionados. La razón es que las fuerzas debido al anclaje puntual aleatorio se suman en forma incoherente, mientras que el desorden correlacionado pueden anclar los vórtices sobre toda su longitud.

La importancia del anclaje en muestras de YBCO con defectos correlacionados planares (maclas) fue demostrada experimentalmente por Kwok *et al.* [37]. Estos autores midieron la densidad de corriente crítica en función de la orientación de la red de vórtices y encontraron un aumento marcado cuando el campo estaba dentro de  $\sim 1^\circ$  del plano de la macla. Inspirados por éste y otros resultados [38], Nelson y Vinokur [34, 35], abordaron este problema, a través de una analogía entre el sistema de vórtices interactuantes con un potencial correlacionado en 3 dimensiones y el problema de localización de bosones en sustrato desordenado en 2+1 dimensiones. Mediante este mapeo, pudieron utilizar los métodos desarrollados por Fisher y



colaboradores [39] en el estudio del comportamiento de películas delgadas de  $^4\text{He}$  en sustratos desordenados, para calcular la magnitud de las excursiones posicionales térmicas de los vórtices, las energías de anclaje concomitantes y el diagrama de fases resultante. La fase sólida del sistema de vórtices corresponde a la fase aislante en la cual los bosones están localizados al sustrato, de donde toma el nombre de *vidrio de Bose*, la fase líquida es la análoga a la superfluida. En el mapeo, la dirección espacial  $z$  en el sistema de vórtices se corresponde con la dirección temporal del sistema de bosones. Las trayectorias de los bosones representan a los vórtices que pueden localizarse, correlacionados en el tiempo o el espacio dependiendo del sistema que estemos tratando.

Existen similitudes entre el vidrio de Bose y VG. Por ejemplo ambos poseen un comportamiento vidrioso, pero la más importante es que para los dos se predice una resistividad nula  $\rho = \lim_{J' \rightarrow 0} (E/J) = 0$  en la fase sólida (fase no disipativa). La diferencia fundamental entre el BG y el VG es la respuesta angular. La introducción de defectos correlacionados rompe la simetría del problema e introduce una dirección preferencial para los vórtices, la de los defectos. La competencia entre la energía ganada de la fase localizada y la energía pagada para mantener el campo interno en una dirección distinta que el externo con el término entrópico que trata de localizar los vórtices, hace que el vidrio de Bose exista sólo en un rango angular acotado alrededor de la dirección de los defectos correlacionados. Esto induce la aparición de un pico de la temperatura de BG,  $T_{BG}$ , en la dirección  $\hat{c}$  de los defectos correlacionados como se muestra en la figura 2.3.



**Figura 2.3:** Diagrama de fases  $T_{BG} - H_{\perp}$ . Variación de la temperatura de transición para un vidrio inducido por la presencia de defectos correlacionados en función del campo magnético perpendicular.

En el caso de un VG al tratarse de defectos puntuales la temperatura de vidrio es isotrópica con respecto a la dirección del campo. La fase BG existe en un rango angular acotado, o para un  $H_{\perp}$  finito, una vez sobrepasado este valor crítico, la naturaleza del sólido de vórtices dependerá de que tipo de interacción predomina. Si son los defectos puntuales tendremos un VG, en cambio si lo hace la interacción

entre vórtices tendremos un sólido cristalino. En ambos casos la línea de transición (línea de trazos en la figura 2.3) estará regida por la anisotropía del material [40].

### 2.3.1 Efecto Meissner transversal

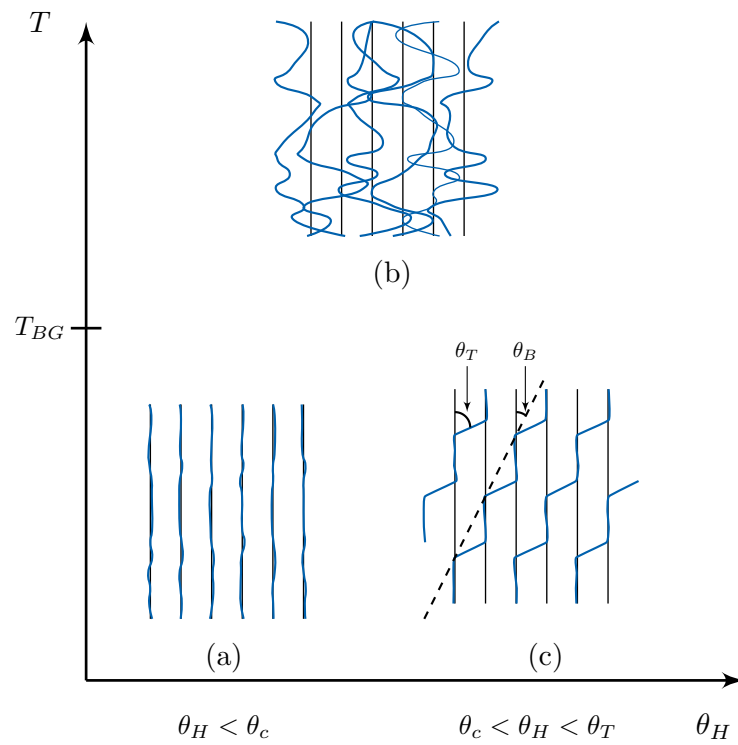
El vidrio de Bose está caracterizado por un módulo de flexión infinito. El origen de este efecto radica en que los vórtices por debajo de la temperatura de transición tienden a localizarse a lo largo de los defectos correlacionados. Como mencionamos anteriormente, esta localización es estable dentro de un rango finito de desalineaciones del campo externo con respecto a la dirección de los defectos correlacionados,  $\theta_H$ . Esto puede ser visto como un efecto Meissner transversal en el sentido de oposición a la penetración de un campo transversal a los defectos. Consecuentemente, la componente transversal de la magnetización  $M_\perp$  es igual a  $-H \sin(\theta_H)$ , por lo que la componente  $H_\perp$  es completamente apantallada.

Podemos analizar en forma cualitativa el efecto de la temperatura y el ángulo  $\theta_H$  sobre la fase de vórtices localizados de una muestra con defectos correlacionados, como se observa esquemáticamente en la figura 2.4. Si aumentamos la temperatura hacia el líquido se produce una delocalización de los vórtices debido a un aumento del desplazamiento cuadrático transversal medio (que diverge en la transición) [14]. En esta zona del diagrama, la magnetización  $M_\perp$  disminuye gradualmente al acercarnos a la temperatura de transición y el efecto Meissner transversal se pierde para  $T > T_{BG}$ .

Si variamos el ángulo  $\theta_H$  a una temperatura fija menor que la de transición, la delocalización se producirá a partir de un  $\theta_c$  (o equivalentemente un  $H_\perp^c$ ) por medio de la creación de una fase de “escalones” de vórtices [41, 7] formada por segmentos de vórtices inclinados un ángulo  $\theta_T$  con respecto al defecto correlacionado y segmentos que permanecen localizados en el defecto. En esta fase escalonada la dirección promedio de los vórtices es la del campo interno  $\vec{B}$ . Si continuamos incrementando el ángulo del campo aplicado, la longitud de los segmentos de vórtices localizados decrece y desaparece para  $\theta_H = \theta_T$ . Se espera que la magnetización transversal  $M_\perp$  disminuya en este rango. Finalmente, para ángulos  $\theta_H > \theta_T$  disminuye la influencia del defecto correlacionado sobre la estructura de vórtices y el campo externo  $\vec{H}$  y el interno  $\vec{B}$  se vuelven colineales. El hecho de “salir” de la fase de vidrio de Bose, a través de dos mecanismos distintos (dos excitaciones distintas), implica en una teoría de escala de transiciones de segundo orden la existencia de distintas clases de universalidad.

Resumiendo lo expuesto en estas secciones, la transición desde un líquido de vórtices a un vidrio de Bose predicha por Nelson y Vinokur, exhibe las siguientes características fundamentales:

- la resistividad lineal se anula en la temperatura de transición.
- la temperatura de transición  $T_{BG}$  presenta una forma tipo cúspide, con un máximo en la dirección de los defectos.
- se produce un apantallamiento del campo magnético aplicado perpendicular a los defectos correlacionado,  $B_\perp = 0$ , es decir un efecto Meissner en la



**Figura 2.4:** Representación esquemática de las distintas estructuras de vórtices (líneas azules) obtenidas partiendo de (a) la fase localizada variando (b) la temperatura o (c) la inclinación del campo magnético aplicado  $\vec{H}$  respecto al defecto correlacionado (línea negra). El ángulo  $\theta_B$  indica la dirección promedio de los vórtices en la fase de escalones.

dirección transversal. Si se mide la magnetización, se encontrará que esto sucede en forma continua, dado que es una transición de segundo orden.

Estos puntos distintivos de la transición son los que encontramos en las medidas experimentales reportadas en la literatura.

## 2.4 Antecedentes experimentales de la existencia del vidrio de Bose

Los distintos trabajos experimentales pueden ser enmarcados en dos grandes categorías: medidas de transporte y medidas de corriente de apantallamiento. Las primeras dan información de la influencia de los defectos correlacionados sobre la corriente crítica o sobre el movimiento de los vórtices. Sin embargo, estas medidas no determinan directamente la orientación de los vórtices respecto al defecto. Las medidas de corriente de apantallamiento apuntan a esta última característica.

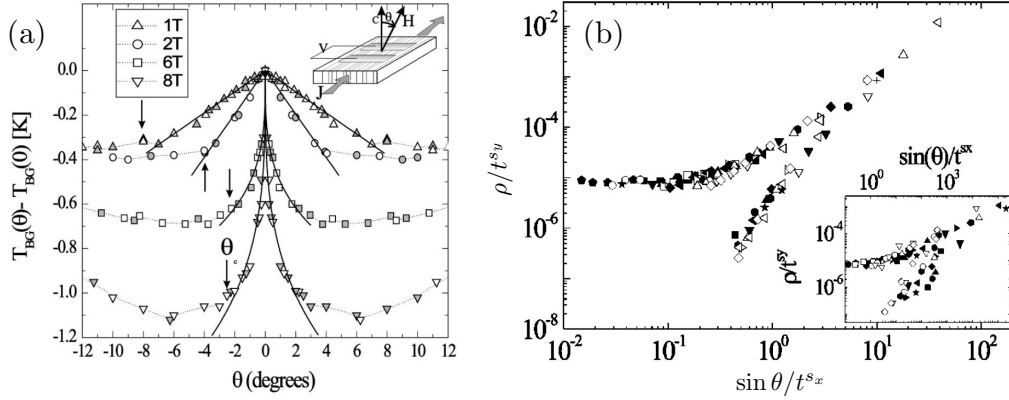
### 2.4.1 Medidas de transporte

Un año después del trabajo de Nelson y Vinokur, Jiang *et al.* [42] presentaron evidencias experimentales de la transición de BG en cristales de YBCO con defectos columnares. Estos autores estudiaron la dinámica de vórtices cerca de la transición a través de medidas de transporte y mostraron que  $T_{BG}$  decrece con el incremento del ángulo entre el campo aplicado y el eje  $\hat{c}$ , en claro contraste con el incremento suave de la temperatura de fusión de un cristal debido a la anisotropía de la muestra. Usualmente las medidas de transporte no son una buena herramienta para detectar transiciones de fase debido a que no son medidas de equilibrio. Sin embargo, debido al alto valor del parámetro de Ginzburg en SAT, la región crítica asociada con la transición sólido-líquido en el cual las fluctuaciones termodinámicas gobiernan las propiedades físicas del sistema de vórtices se vuelve experimentalmente posible. Por lo tanto, dentro de esta región, la teoría de escaleo [35, 43] que describe la dinámica de vórtices, puede ser probada. Estas teorías predicen el comportamiento de las propiedades del sistema, mediante exponentes críticos,  $\nu$  y  $z$ , que dominan el tamaño y el tiempo característico de las fluctuaciones, respectivamente.

Una cúspide fue también observada en la curva de fusión de cristales de YBCO con una familia de maclas en un campo externo de 6 T por Grigera *et al.* [44]. Mediante un análisis de escaleo extensivo de la dinámica de vórtices dentro de la región, sugieren la existencia de una fase BG. Posteriormente, Maiorov *et al.* [45] mostraron que dentro del régimen lineal las hipótesis de escaleo

$$\rho(t, \theta) = t^{s_y} \mathcal{F}_{\pm}(\sin \theta t^{-s_x}) \quad (2.3)$$

con  $s_y = \nu(z - 2)$  y  $s_x = 3\nu$ , se cumple para campos magnéticos entre 1 T y 18 T en cristales YBCO fuertemente maclados. Para todos los campos encontraron que la temperatura de transición  $T_{BG}$  muestra una cúspide en torno a  $\theta_H = 0$ . Estos resultados son mostrados en la figura 2.5.



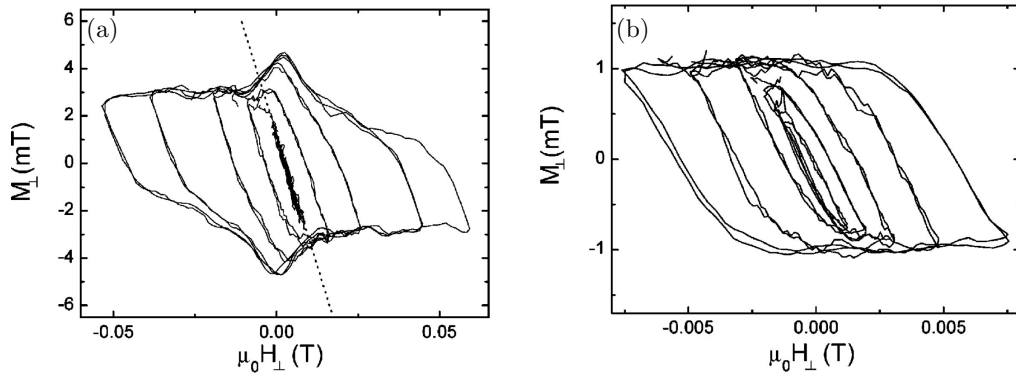
**Figura 2.5:** (a) Dependencia angular de  $T_{BG}(\theta) - T_{BG}(0)$  para distintos campos aplicados. Las líneas continuas representan un ajuste realizado sobre los datos que discutiremos más adelante. Inset: setup experimental para las medidas de transporte (b) Escaleo de las curvas de resistividad para 1T de acuerdo a la ecuación (2.3) usando  $s_y = 2.3$ ,  $s_x = 1.1$  y  $T_{BG}(0) = 89.82$  K. El inset de esta figura muestra el mismo escaleo pero para  $s_x = 3$  [45].

Aunque las medidas de transporte han sido una poderosa herramienta para mostrar la cúspide aguda en  $T_{BG}(\theta)$  y prueba algunas hipótesis de escaleo de la teoría del vidrio de Bose, estos análisis de escaleo han sido cuestionados [46], debido a inconsistencias en los exponentes críticos.

### 2.4.2 Corrientes de apantallamiento

Si bien la resistividad no es una propiedad termodinámica las medidas de propiedades de transporte han sido útiles para estudiar distintas transiciones de fase en superconductividad, que posteriormente, y mediante mediciones termodinámicas fueron confirmadas como tales. Las medidas de Safar *et al.* [26] sobre cristales YBCO fueron respaldadas por los resultados de Pastoriza *et al.* [27] y posteriormente por Schilling *et al.* [28], confirmando que la transición líquido - sólido en sistema de vórtices es una transición de primer orden. En este sentido, es claro que medidas directas de las consecuencias de la teoría del vidrio de Bose, tal como el efecto Meissner transversal, son cruciales para respaldar o confrontar las conclusiones obtenidas de medidas de transporte.

El estado Meissner (transversal o no) es un estado termodinámico de equilibrio, al cual es difícil acceder debido a que los efectos de anclaje dificultan la determinación del campo crítico  $H_{c1}$ . Un camino para resolver esto es realizar experimentos de enfriamiento no solo a campo cero (ZFC), lo que prueba el apantallamiento del flujo, sino también experimentos de enfriamiento con campo (FC) para probar la expulsión del flujo. Un primer intento para resolver este tipo de medidas fueron realizadas por Smith *et al.* [47, 48]. Usando un arreglo de sensores micro-Hall situadas paralelas a los defectos columnares en cristales de YBCO, estos autores realizaron experimentos de ZFC midiendo la componente perpendicular de la inducción magnética cuando el campo magnético aplicado fue rotado alejándose de la dirección de los defectos. La



**Figura 2.6:** Magnetización transversal  $M_{\perp}$  en función del campo magnético perpendicular  $H_{\perp}$  para  $T = 65$  K. En un cristal irradiado (a) los loops de magnetización no muestran histéresis para  $H_{\perp}^{max} < H_{\perp}^c$  indicando que el campo permanece paralelo a los defectos columnares para estos valores de campo. Contrariamente, para un cristal sin irradiar (b) los loops de magnetización muestran histéresis aún para valores pequeños de  $H_{\perp}^{max}$ , como es esperado para el flujo que penetra sin ser apantallado. [47, 48].

figura 2.6 muestra las medidas realizadas para una muestra irradiada y una sin irradiar. Estos autores realizan *loops* de la forma  $H_{\perp}^{max} \rightarrow -H_{\perp}^{max} \rightarrow H_{\perp}^{max}$ , incrementando los puntos extremos en rampas sucesivas. En los cristales irradiados encuentran, que para pequeños valores  $H_{\perp}^{max}$  (menor que un cierto valor crítico),  $M_{\perp} = -H_{\perp}$  sin comportamiento histerético apreciable. Estos resultados indican que el superconductor apantalla la componente del campo perpendicular al defecto correlacionado. Un efecto de localización de vórtices, mostrando un comportamiento similar, es observado en muestras de YBCO con maclas [7, 49] indicando la naturaleza general del efecto.

Si bien los resultados de Smith *et al.* muestran el apantallamiento del campo perpendicular asociado al efecto Meissner transversal, estos experimentos (fuera del equilibrio) no pueden descartar que los efectos observados sean debido a configuraciones metaestables. Los barridos de expulsión de flujo no fueron reportados debido a la falta de sensibilidad necesaria para comparar diferencias entre FC y ZFC [48].

PARTE II

## **Micro-magnetómetros**





# Micro-magnetómetros torsionales de Silicio

En el capítulo anterior mostramos que el diagrama de fases de los superconductores de alta temperatura crítica presenta un estado líquido de vórtices en adición al sólido de vórtices encontrado en los superconductores convencionales, debido a su gran anisotropía y a las fluctuaciones térmicas. En presencia de desorden causado por defectos aleatoriamente situados en el plano pero espacialmente extendido a lo largo del espesor de la muestra, Nelson y Vinokur [34, 35] predicen la existencia de una transición de segundo orden entre una fase líquida de vórtices de alta temperatura y una fase sólida de baja temperatura donde los vórtices se encuentran localizados en los defectos.

Como hemos mencionado anteriormente, la teoría del vidrio de Bose ha sido probada con medidas de transporte midiendo la movilidad de los vórtices sometidos a una corriente. Los análisis de escala predicen de que manera los vórtices disminuyen su movimiento a medida que la temperatura se aproxima a la temperatura de transición. Por otro lado, los trabajos de Smith *et al.* [47, 48] centrados en la segunda predicción de la teoría, un efecto Meissner en la dirección transversal, muestran solo evidencia del apantallamiento de la componente perpendicular del campo. Por lo tanto, la evidencia experimental de la existencia de tal estado termodinámico es crucial para determinar la naturaleza de la transición de fase.

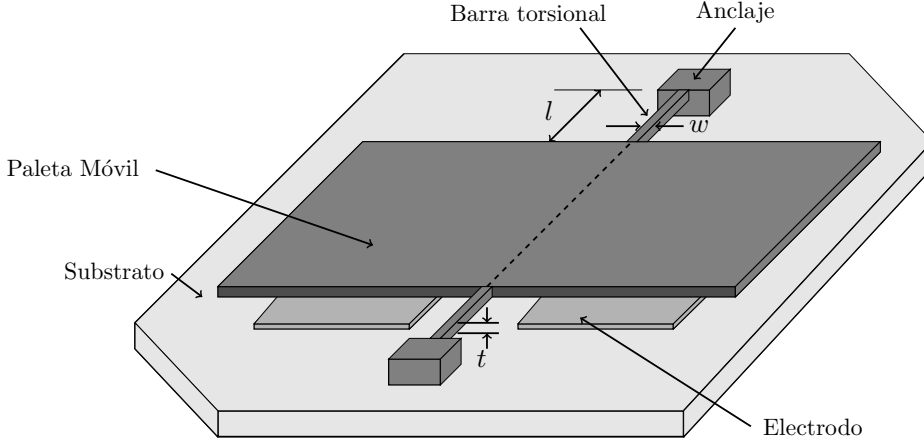
Los osciladores micro-mecánicos implementados en nuestro laboratorio para el estudio de muestras superconductoras mesoscópicas [50, 51] son inspirados en el trabajo de Bolle *et al.* [9]. Estos se presentan como dispositivos de medición de alta sensibilidad ideales para el estudio de transiciones de fase. Además, es posible modificar el diseño de cada dispositivo para adecuarlo a las necesidades de cada experimento en particular [52, 53, 54].

En esta tesis presentaremos estudios experimentales acerca del efecto de potenciales planares desordenados sobre las distintas fases de vórtices y las transiciones que las separan. Para realizar estas medidas, diseñamos e implementamos micro-osciladores mecánicos de silicio como magnetómetros torsionales de alta sensibilidad que operan en un amplio rango de temperaturas y campos.

En los siguientes capítulos describiremos las técnicas utilizadas para medir las propiedades magnéticas de la transición del vidrio de Bose en muestras de YBCO con una sola familia de maclas.

### 3.1 Diseño y Fabricación

El micro-oscilador mecánico sobre el cual trabajaremos, esta basado en un diseño original de Chan *et al.* [54] usado para medir el efecto de la fuerza de Casimir como resultado de una rotación en la parte móvil del oscilador con una sensibilidad de  $10^{-12}$  N. Trabajos posteriores [52, 55] con un diseño similar se enfocan en el efecto que se produce sobre las propiedades dinámicas del oscilador, obteniendo información a través de la variación de la frecuencia de resonancia.



**Figura 3.1:** Diseño del magnetómetro torsional. La paleta central móvil está anclada al sustrato a través de dos resortes torsionales (barras). El eje de torsión es indicado en línea de trazos. Las cantidades  $l$ ,  $w$  y  $t$  representan respectivamente la longitud, ancho y espesor de las barras torsionales.

Detalles del diseño del magnetómetro torsional son mostrados en forma esquemática en la figura 3.1. Este consta de una paleta central cuadrada anclada al sustrato a través de barras torsionales. Dos electrodos ubicados debajo de la paleta son fabricados para detectar en forma capacitiva su movimiento.

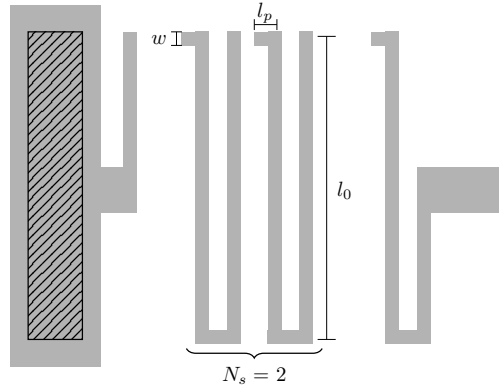
Una de las partes principales del magnetómetro MEMS son los resortes, ya que sus dimensiones determinan la máxima sensibilidad (proporcional a  $k^{-1}$ ) a un torque aplicado respecto al eje de torsión  $x$  y la mínima deformación debido a un torque respecto al eje  $y$  y/o a una fuerza vertical en  $z$ . A continuación, analizaremos las expresiones de las constantes elásticas de torsión,  $k$ , tanto para resortes en forma de barras torsionales como también diseños de resortes con forma de serpentinas. En el modo torsión normal, es decir, sin tener en cuenta la deformación de las barras de torsión, la constante elástica restitutiva para una barra de torsión puede ser calculada analíticamente como [10, 56] <sup>1</sup>:

$$k_b = \frac{Ewt^3}{6l(1 + \nu)} \quad (3.1)$$

donde  $l$ ,  $w$  y  $t$  son respectivamente la longitud, ancho y espesor de las barras torsionales.  $E$  y  $\nu$  son el módulo de Young y el coeficiente de Poisson del material

<sup>1</sup>La ecuación 3.1 es válida para una barra de perfil cuadrado ( $t \simeq w$ ). Para un perfil rectangular la expresión debe ser corregida por un factor que depende de la relación  $t/w$  [10].

estructural usado, en general polisilicio (Si policristalino).



**Figura 3.2:** *Parámetros geométricos para el resorte en forma de serpentina. En este diseño esquematizado, las dimensiones son  $w = 2 \mu m$ ,  $l_0 = 28 \mu m$ ,  $l_p = 3 \mu m$  y  $N_s = 2$ .*

Generalmente los parámetros  $t$  y  $w$  son fijos, determinados por el proceso de fabricación. Por lo tanto, para obtener valores más pequeños  $k_b$  debemos aumentar la longitud de la barra. Para evitar que las barras del oscilador sean demasiado grandes, se suelen usar resortes en forma de serpentin. Aunque el momento de inercia es un poco mayor que en el caso anterior, este diseño permite tener un mejor empaquetamiento. La figura 3.2 muestra los parámetros geométricos más importantes para el diseño de resorte de serpentina. En este caso, la constante elástica para el modo torsional, cuando  $l_p \ll l_0$ , es [57, 58]:

$$k_s = \frac{Ewt^3}{24(N_s + 1)l_0} \quad (3.2)$$

En la sección siguiente presentaremos los aspectos más importantes del proceso de fabricación utilizado, lo que nos permite definir el material estructural y los espesores de las distintas partes que formarán el sensor. Características del material estructural tales como su módulo de Young, coeficiente de Poisson, densidad y *stress* residual nos permitirán estimar las propiedades mecánicas que poseerán los micro-magnetómetros fabricados.

### 3.1.1 Proceso de fabricación y propiedades mecánicas

Basados en la experiencia de trabajos realizados en el laboratorio [50, 51, 59], hemos usado el proceso multiusuario **PolyMUMPS** (Multi User MEMS Process) de la empresa Memscap [60] para la fabricación de los micro-magnetómetros torsionales. Este proceso de micromaquinado cuenta con: capas de polisilicio como material estructural, capas de óxido de silicio como material de sacrificio y una capa metálica para realizar los conectores o *pads*. Un total de tres capas de polisilicio y dos de óxido son depositadas sobre el sustrato (silicio recubierto por una capa del dieléctrico  $Si_3N_4$ ) con la técnica de depósito químico gaseoso de baja presión (LPCVD). El diseño de cada capa (excepto el nitruro) es transferido usando litografía óptica y

posteriormente es removida en forma selectiva utilizando la técnica RIE (*Reactive-ion etching*).

Material	Nombre	Espesor ( $\mu\text{m}$ )
Silicio	Substrato	500
Nitruro de Silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )	Nitride	0.6
Silicio policristalino	Poly 0	0.5
Óxido de Silicio ( $\text{SiO}_2$ )	First Oxide	2.0
Silicio policristalino	Poly 1	2.0
Óxido de Silicio ( $\text{SiO}_2$ )	Second Oxide	0.75
Silicio policristalino	Poly 2	1.5
Metal (Au)	Metal	0.5

**Tabla 3.1:** Niveles del proceso **PolyMUMPs** donde se indican el tipo de material, el nombre de la etapa litográfica y el espesor de cada capa.

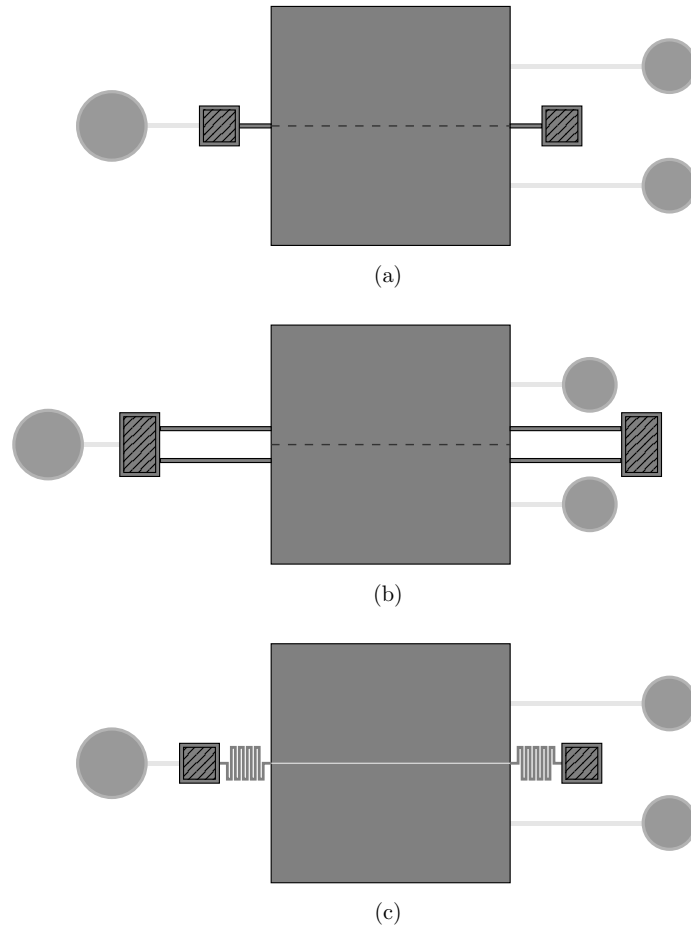
El proceso **PolyMUMPs** define una serie de reglas de diseño y requerimientos referidos al solapamiento vertical de dos niveles distintos, la separación de dos estructuras y la conexión entre dos niveles de polisilicio, entre otras [61]. En la tabla 3.1 se detallan el tipo de material y el nombre de las distintas etapas litográficas disponibles en el proceso. También se muestra en esta tabla el valor del espesor de cada capa.

Con el fin de investigar experimentalmente los efectos de distintas configuraciones de resortes y distintas dimensiones de la paleta en las prestaciones del oscilador consideraremos varios diseños alternativos. En todos estos diseños utilizamos paletas de  $3.5 \mu\text{m}$  de espesor (formadas por Poly 1 + Poly 2) y resortes fabricados usando la capa Poly 1. La figura 3.3 muestra los distintos diseños sobre los cuales nos hemos enfocado.

A partir de las propiedades del polisilicio y las dimensiones de los distintos diseños de resortes, podemos calcular analíticamente las constantes elásticas desde las expresiones 3.1 y 3.2 presentadas en la sección anterior. La Tabla 3.2 resume las características y los parámetros mecánicos calculados para los diferentes diseños que usaremos a lo largo de la tesis. Para cálculos de las constantes elásticas hemos usado  $E_{\text{Si}} = 158 \text{ GPa}$  y  $\nu_{\text{Si}} = 0.22$  [61].

Diseño	Paleta ( $\mu\text{m}^2$ )	Resorte	Longitud ( $\mu\text{m}$ )	$k(\text{N} \cdot \text{m} \cdot \text{rad}^{-1})$
B1	$500 \times 500$	1 barra	$l \approx 15$	$1.8 \cdot 10^{-8}$
B2	$500 \times 500$	1 barra	$l \approx 25$	$1.1 \cdot 10^{-8}$
B5	$500 \times 500$	2 barras	$l \approx 200$	$5.4 \cdot 10^{-9}$
C2	$300 \times 300$	serpentina $N_s = 5$	$l_0 \approx 28, l_p \approx 3$	$1.5 \cdot 10^{-9}$

**Tabla 3.2:** Parámetros geométricos y constantes de torsión elásticas para distintos diseños presentados en la figura 3.3. Los resortes son fabricados en Poly 1 con  $w = t \approx 2 \mu\text{m}$ .



**Figura 3.3:** Diseños usados a lo largo de este trabajo (a) **Diseño B1 y B2:** poseen una barra torsional a cada lado de longitud de 25 y 15  $\mu\text{m}$  respectivamente (b) **Diseño B5:** posee dos barras torsionales de cada lado de 200  $\mu\text{m}$  de longitud separadas entre sí 100  $\mu\text{m}$  y (c) **Diseño C2:** posee serpentinas con dimensiones  $w = 2 \mu\text{m}$ ,  $l_0 = 28 \mu\text{m}$ ,  $l_p = 3 \mu\text{m}$  y  $N_s = 5$ . En cada diseño se muestran los pads destinados a la conexión eléctrica de la paleta y los electrodos.

### 3.1.2 Frecuencia de resonancia

Otro parámetro mecánico importante en los micro-osciladores torsionales es la frecuencia de resonancia  $f_r$ , la cual depende de las dimensiones de la paleta y de la longitud del resorte. El cuadrado de la frecuencia natural,  $f_0$ , de un oscilador torsional sin disipación es proporcional a la constante elástica del resorte  $k$  e inversamente proporcional al momento de inercia  $I$  del sistema:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{I}} \quad (3.3)$$

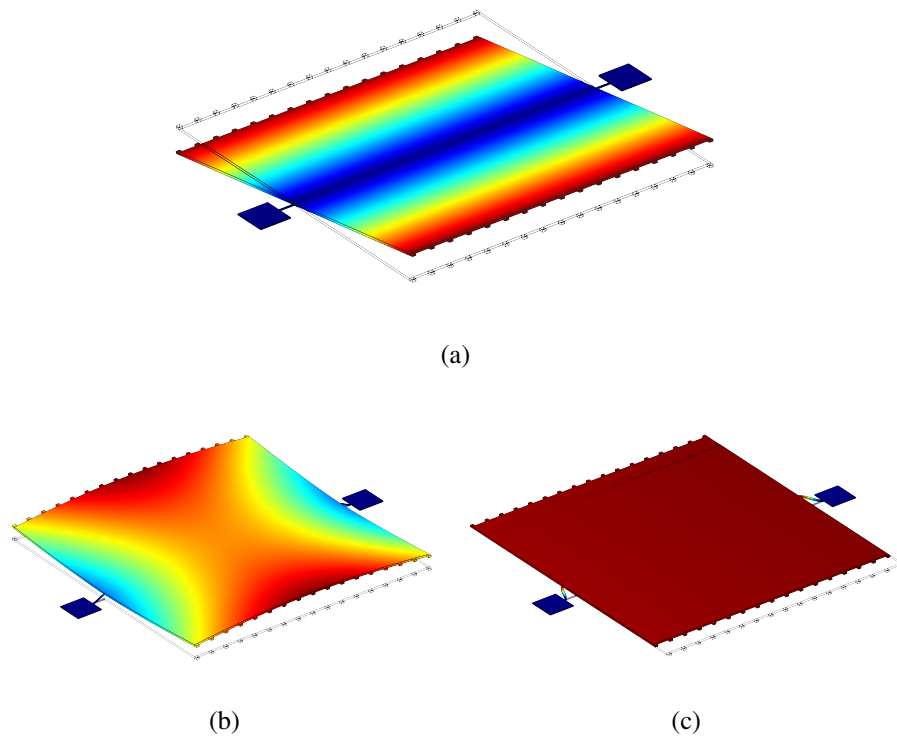
Para un micro-oscilador con una paleta cuadrada de  $3.5 \mu\text{m}$  de espesor, el momento de inercia  $I$  de la estructura completa a lo largo del eje rotacional, es aproximadamente de  $4.23 \cdot 10^{-17} \text{ kg} \cdot \text{m}^2$  para una paleta de  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$  y  $5.5 \cdot 10^{-18} \text{ kg} \cdot \text{m}^2$  para una paleta de  $300 \times 300 \mu\text{m}^2$ . Para estos resultados hemos usado la densidad del polisilicio  $\rho_{Si} = 2330 \text{ kg/m}^3$ . Usando estos valores de  $I$  junto con los resultados obtenidos en la sección anterior, podemos calcular analíticamente los valores de frecuencia de resonancia para los distintos diseños. Estos valores son mostrados en la segunda columna de la tabla 3.3.

Diseño	$f_0$ (kHz)	$f_1^{FEM}$ (kHz)	$f_2^{FEM}$ (kHz)	$f_3^{FEM}$ (kHz)
B1	2.54	2.749	1.08	34.464
B5	1.80	1.971	3.926	3.986
C2	2.38	2.559	13.885	19.194

**Tabla 3.3:** Frecuencias de resonancias  $f_0$  obtenidas analíticamente y comparadas con las obtenidas mediante cálculo de elemento finito FEM para distintos modos. La frecuencia de resonancia  $f_1^{FEM}$  representa al modo torsional principal, mientras que  $f_2^{FEM}$  y  $f_3^{FEM}$  representan modos de flexión fuera y dentro del plano.

Para corroborar la validez de estos resultados analíticos para los distintos diseños de micro-osciladores, realizamos un análisis mediante método de elementos finitos (FEM). Se utilizó el código comercial Comsol Multiphysics versión 4.2a [62, 63] para simular el comportamiento dinámico de la estructura incluyendo las propiedades mecánicas del material estructural. Podemos ver que las frecuencias de resonancia del modo de torsión obtenidas analíticamente concuerdan dentro del error con los valores obtenidos mediante simulación. Las otras frecuencias corresponden a modos de flexión fuera y dentro del plano. Para un mismo diseño los distintos modos están desacoplados entre sí, lo cual es una condición necesaria para rechazar vibraciones indeseadas y lograr una sensibilidad de torque óptima. Finalmente, en la figura 3.4 se muestra la forma de los tres primeros modos para el diseño del micro-oscilador B1.

Podemos hacer una última observación de la ecuación 3.3, cuando consideramos una muestra solidaria al micro-oscilador. Al colocar una muestra sobre la paleta, el momento de inercia del sistema,  $I$ , en el denominador de la expresión de la frecuencia es la suma del momento de inercia del oscilador y del de la muestra,  $I_M$ . Este aumento en el momento de inercia se traduce en una disminución de la



**Figura 3.4:** Imágenes de la simulación del resonador B1 obtenidas usando el software de simulación de elemento finito Comsol Multiphysics. Las frecuencias de resonancia calculadas para los diferentes modos son (a) Modo torsional principal:  $f_1 = 2.749$  kHz (b) modo de flexión simétrico fuera del plano:  $f_2 = 34.464$  kHz y (c) modo de flexión en el plano:  $f_3 = 62.738$  kHz. Estas imágenes son indicativos del comportamiento dinámico de los diferentes modos y no deben ser utilizados para comparar el desplazamiento relativo.

frecuencia de resonancia. Si introducimos estos cambios en la ecuación 3.3, la frecuencia de resonancia luego de colocar la muestra,  $f_{r,M}$  está dada por:

$$f_{r,M} = f_r \left( 1 + \frac{I_M}{I} \right)^{-\frac{1}{2}} = n f_r \quad (3.4)$$

que implica una reducción en la frecuencia de

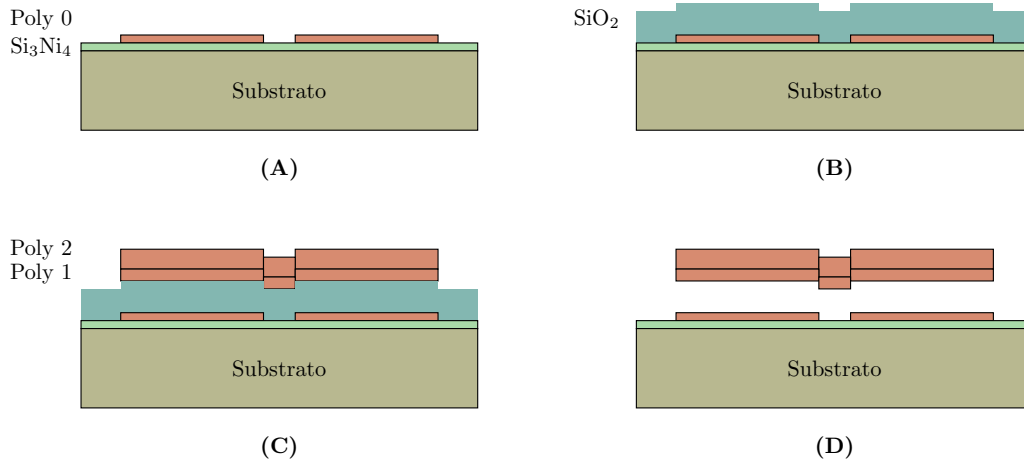
$$\Delta f_r = f_r (1 - n) \quad (3.5)$$

con  $n = (1 + I_M/I)^{-\frac{1}{2}}$ .

Para un disco superconductor de  $100 \mu\text{m}$  de diámetro y  $7 \mu\text{m}$  de espesor montado sobre el eje de torsión de la paleta del oscilador obtenemos  $I_M = 2.17 \cdot 10^{-19} \text{kg} \cdot \text{m}^2$ . Usando este valor junto con el momento de inercia del micro-oscilador,  $I$ , se observan variaciones de algunos Hz en los diseños de paleta más grande ( $> I$ ) y de decenas de Hz en los otros diseños.

### 3.1.3 Fabricación de los micro-osciladores mecánicos

Mediante un software de diseño (por ejemplo L-Edit Tanner), combinando las distintas capas y reglas de diseño impuestas por el proceso de micro-fabricación, pueden generarse diferentes micro-estructuras multinivel. Este *layout* es enviado a MEMSCAP y transcurrido un tiempo se reciben 15 copias con los diseños fabricados. Como protección adicional los MEMS son enviados recubiertos por capa de resina fotosensible.

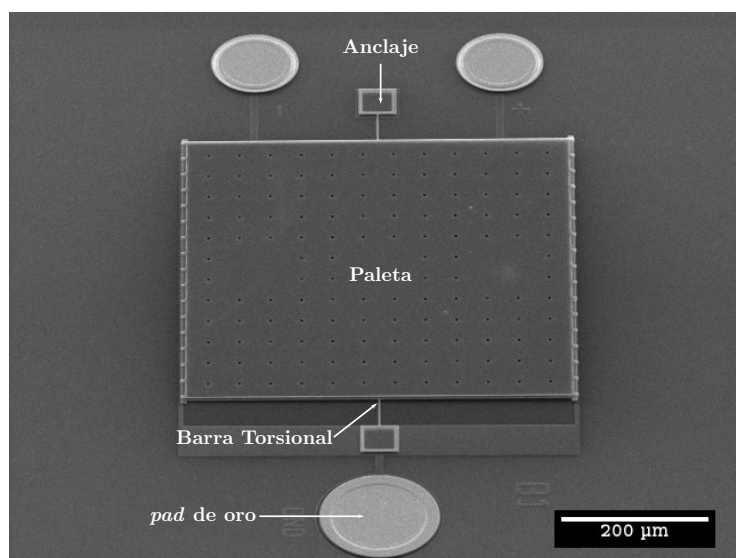


**Figura 3.5:** Proceso de fabricación del micro-oscilador mecánico torsional.  
 (A) Fabricación de los electrodos (B) Depósito de la capa de sacrificio  $\text{SiO}_2$   
 (C) Fabricación de la paleta y (D) Liberado de las partes móviles (release).

El proceso de fabricación del micro-oscilador torsional es mostrado esquemáticamente en la figura 3.5. Primero, una capa de  $600 \text{ nm}$  de nitruro de Silicio es deposita mediante LPCVD sobre el *wafer* de Si como capa aislante. Una capa Poly 0 de  $0.5 \mu\text{m}$  es luego depositada para definir los electrodos de detección. Esta capa es



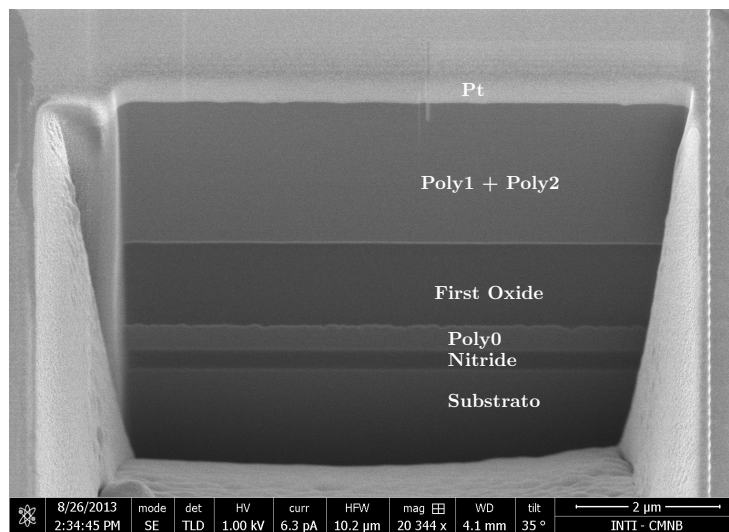
dopada con fósforo con el fin de mejorar su conductividad eléctrica. Posteriormente una capa de sacrificio de  $\text{SiO}_2$  es depositada y modificada para definir el anclaje de la estructura. Finalmente, son depositadas las capas Poly 1 y Poly 2 para definir la paleta del micro-oscilador torsional. Estas capas, al igual que la de Poly 0, también son dopadas con fósforo. La etapa (D) muestra la remoción de la capa de sacrificio para liberar las estructuras móviles, lo que abordaremos con más detalle en la próxima sección. Una micrografía tomada con SEM de uno de los diseños de micro-osciladores fabricados, es mostrado en la figura 3.6 con las características de diseño antes mencionadas.



**Figura 3.6:** Micrografía SEM de uno de los diseños (B1) del micro-oscilador mecánico de Si. Este diseño cuenta con una paleta central de  $500 \times 500 \times 3.5 \mu\text{m}^3$  y barras torsionales de  $25 \mu\text{m}$  de largo,  $2 \mu\text{m}$  de ancho y  $2 \mu\text{m}$  de espesor.

Una primera caracterización que suele hacerse en los dispositivos fabricados, enfocada principalmente en el control del proceso y en análisis de fallas, es la realización de *cross sections* de una o varias regiones del sensor. La técnica de *focused ion beam* (FIB) [64], que utiliza un haz de iones de Ga de alta energía para realizar cortes en conductores o aislantes con alta precisión, presenta enormes ventajas respecto a otras técnicas a la hora de realizar secciones transversales y modificaciones en dispositivos micro-maquinados. Entre estas ventajas se encuentran la realización de cortes en pocos minutos, elección precisa de la zona de corte y la posibilidad de realizar varios cortes sobre una misma muestra. La figura 3.7 muestra la sección transversal para una región de la paleta del sensor, donde puede observarse la naturaleza 3D del sensor en el detalle de la estructura multicapas. Los valores medidos de los espesores (corregidos por el ángulo de inclinación con el que es tomada la imagen,  $35^\circ$ ) coinciden con los valores generales presentados en la tabla 3.1 y con los reportados por el fabricante para esta este *run* en particular [65].

Ya que volveremos a usar esta técnica en el contexto de la fabricación de muestras, una descripción más detallada de sus características será presentada en el Capítulo 5.



**Figura 3.7:** Corte transversal de una región de la paleta del micro-oscilador obtenido mediante focused ion beam (FIB). Pueden observarse cada una de las capas litográficas del proceso de micro-fabricación para este diseño. Una capa de protección de 600 nm de Pt es depositada localmente en la región donde se realizará corte transversal. Esta capa metálica previene a la superficie estudiada de daños y de la aparición de defectos (estrías y cortes no uniformes) durante el proceso de comido [64].

## 3.2 Post-procesamiento

Como explicamos anteriormente y verificamos a través de cortes precisos realizados en la paleta del sensor, el chip de Memscap es entregado con las capas de óxido de sacrificio intactas y con una capa adicional protectora de resina fotosensible. El usuario puede en primer lugar fraccionar el chip entero en distintos *subdices* mediante corte con sierra o punta de diamante y posteriormente retirar la capa de resina. Las siguientes etapas de post-procesamiento incluyen el liberado de las partes móviles (*release*) y el secado del dispositivo. Estas etapas, que describiremos en detalle a continuación, son realizadas en la sala limpia y deben ser llevadas a cabo con extremo cuidado para no comprometer la integridad y el funcionamiento posterior del sensor.

### 3.2.1 Liberado de las estructuras móviles y secado del sensor

El proceso de *release* consiste en sumergir los micro-osciladores, en general un chip con 4 u 8 sensores, en ácido fluorhídrico (HF) con el fin de eliminar el material de sacrificio y así liberar las partes móviles que componen el actuador. Uno de los puntos más importantes, para lograr liberar exitosamente las estructuras, es determinar el tiempo óptimo de exposición en el medio ácido. Si este tiempo es insuficiente el liberado será incompleto y las regiones destinadas a ser móviles permanecerán pegadas, mientras que la sobre-exposición puede producir: (a) un ennegrecimiento de la superficie, generalmente debido a un efecto galvánico [66] que deposita el mismo óxido de silicio removido y modifica la conducción de los contactos y/o (b)

un afinamiento de las capas de polisilicio lo que debilita las estructuras y modifica las propiedades mecánicas.

Para facilitar el contacto de la solución de HF con la capa de sacrificio, el proceso PolyMUMPS dispone entre sus opciones de fabricación la realización de agujeros (*etching holes*) cilíndricos en la paleta. Estos agujeros, distribuidos en distintas regiones de la paleta reducen el tiempo de exposición durante el proceso de *release*, pues permiten que el HF se ponga en contacto con el óxido simultáneamente en distintas regiones de la paleta.

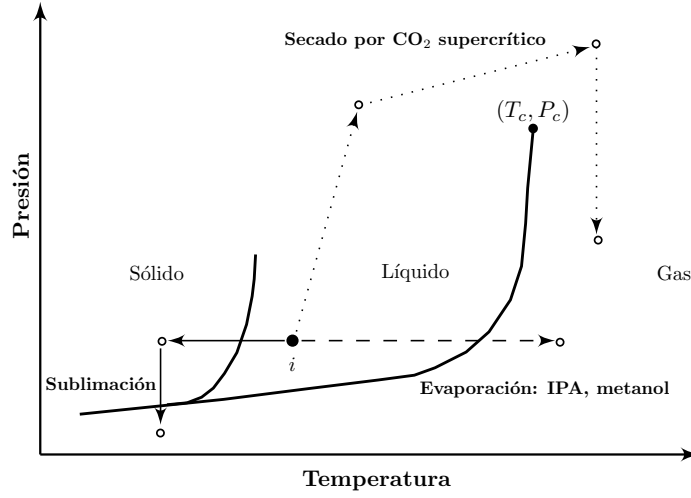
Los pasos seguidos para las etapas de *release*-limpieza de los actuadores fabricados en esta tesis son:

- Ponemos el chip cortado en acetona (pro- análisis) por 20 min para eliminar la resina de protección.
- Pasamos a isopropanol por 10 min para eliminar la acetona.
- *Release*: ponemos el chip en ácido fluorhídrico HF al 49% por 15 min para eliminar la capa de óxido de Si. (Esto difiere del tiempo indicado por MUMPS ya que depende del tamaño de la paleta del oscilador y de la densidad de agujeros en la paleta.)
- *Enjuague*: introducimos la muestra en isopropanol para neutralizar y enjuagar el HF.

El isopropanol es atrapado en espacios (*gaps*) estrechos entre el sustrato y las estructuras suspendidas. Las fuerzas de interfase generadas cuando el fluido capilar se seca puede causar que la micro-estructura colapse y se pegue. En la literatura [67] podemos encontrar tres distintas alternativas de secado como indica esquemáticamente la figura 3.8. Los métodos de secado por evaporación y CO<sub>2</sub> supercrítico, fueron los utilizados en el laboratorio.

En el proceso de evaporación el isopropanol (IPA) debe pasar a través de la línea de equilibrio líquido-gas en el diagrama de fase, lo que involucra un cambio grande de volumen a presión y temperatura constante. Esto puede producir el pegado del oscilador debido a la tensión superficial. Sin embargo, este método puede aplicarse sin problemas para secar osciladores con tamaños de paleta del orden  $100 \times 50 \mu\text{m}^2$  y gaps de 2 a  $2.75 \mu\text{m}$  [50]. Una alternativa usada es reemplazar el isopropanol por otro alcohol de menor tensión superficial, como metanol.

Por otro lado, el secado mediante el uso de dióxido de carbono supercrítico (CO<sub>2</sub>) resulta ventajoso para sensores con pequeños *gaps* de separación y grandes tamaños de paleta. El isopropanol es reemplazado por CO<sub>2</sub> líquido el cual es llevado a una condición supercrítica aumentando en forma controlada temperatura y la presión tal como se muestra esquemáticamente en la figura 3.8. Finalmente, venteando la cámara de presión a temperatura constante, el CO<sub>2</sub> escapa como gas. Las ventajas del CO<sub>2</sub> supercrítico incluyen presión y temperatura crítica bajas (72.8 atm, 31.1°C) y alta difusividad. Debido a que una interfase líquido-sólido no se forma durante éste proceso, los efectos debido a la tensión superficial son reducidos.



**Figura 3.8:** Secado de las micro-estructuras: Diagrama esquemático de los distintos métodos de secado usualmente usados partiendo del estado inicial  $i$ . El método de secado utilizando  $\text{CO}_2$  supercrítico ( $T_c = 31.1^\circ\text{C}$  y  $P_c = 72.8 \text{ atm}$ ) presenta características adecuadas para aplicarlo a nuestros sensores [67].

### 3.2.2 Efectos del *stress* sobre la forma de la paleta

Actuadores que incluyen diseños con paletas de gran tamaño ( $> 200 \mu\text{m}$ ) y/o barras torsionales de gran longitud, suelen presentar curvaturas en la paleta después de ser sometidos al proceso de *release*. Esta curvatura, originada principalmente por el *stress* residual y los gradientes de *stress* de los materiales estructurales de la paleta, puede producir variaciones significativas en el funcionamiento del MEMS [69]. Los diferentes coeficientes de expansión térmicos entre capas y el proceso de fabricación (LPCVD) contribuyen a los distintos tipos de *stress*.

La aparición de la curvatura puede explicarse de la siguiente manera. Antes del *release*, el material de la paleta de espesor  $t_p$  posee un *stress* compresivo promedio  $\sigma_0$  y un gradiente de *stress*  $\sigma'$  en la dirección axial, en donde la parte de paleta en contacto con la capa de sacrificio tiene mayor *stress* compresivo que la parte de arriba [68]. Cuando el actuador es liberado,  $\sigma_0$  se anula y el gradiente de *stress* genera un momento mecánico  $M$ ,

$$M = \int_{-t_p/2}^{t_p/2} \sigma' z \, dz. \quad (3.6)$$

que curva la paleta. La explicación anterior es válida para paletas fabricadas de un solo material (por ejemplo Poly 1). Para el caso de paletas formadas por multicapas la curvatura será un efecto combinado entre el gradiente y el *stress* residual de cada capa. Un modelo fenomenológico útil para extraer valores numéricos de los gradientes de *stress* y para determinar las configuraciones de equilibrio de cualquier apilamiento de capas isotrópicas después de ser sometidas al *release*, fue presentado por Aksyuk *et al.* [70]. Caracterizamos cada capa  $i$  por su espesor  $t_i$ , la posición del plano central  $z_i$ , su módulo de Young  $E_i$ , sus coeficientes de Poisson  $\nu_i$ , su *stress* residual  $\sigma_i$  y su gradiente de *stress* residual  $\sigma'_i$ . Ya que ninguna fuerza externa

es aplicada sobre la paleta del oscilador (despreciando efectos gravitatorios), la condición de equilibrio puede ser escrita como

$$\int_0^t \sigma(z) dz = \Sigma_i \int_{z_i+t_i/2}^{z_i-t_i/2} \left( \sigma_i + \sigma'_i(z - z_i) + \frac{z - z_0}{R} \hat{E}_i \right) dz = 0 \quad (3.7)$$

donde  $\hat{E}_i = E_i/(1 - \nu_i)$  para paletas,  $z_0$  es la localización del plano donde el valor de *strain* desaparece y  $t$  es el espesor total de la estructura. Ya que no hay momentos externos aplicados

$$\int_0^t \sigma(z) z dz = \Sigma_i \int_{z_i+t_i/2}^{z_i-t_i/2} \left( \sigma_i + \sigma'_i(z - z_i) + \frac{z - z_0}{R} \hat{E}_i \right) z dz = 0 \quad (3.8)$$

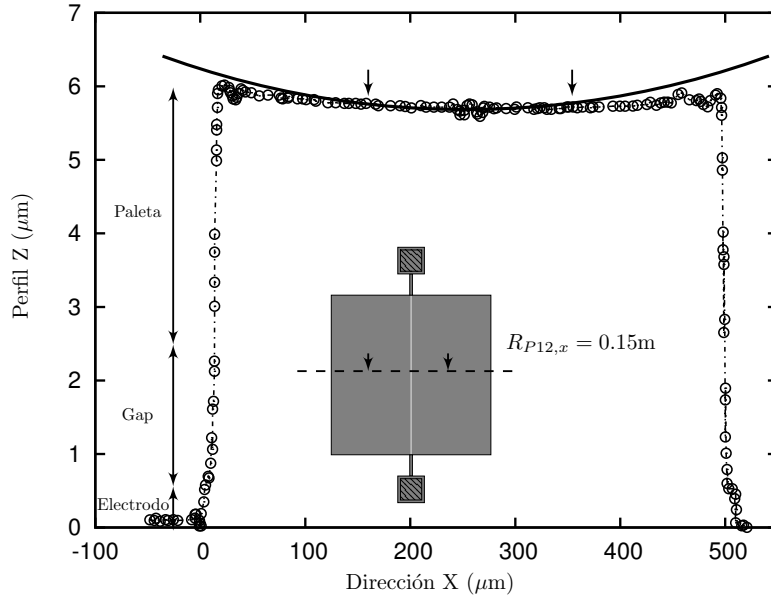
Para una capa simple esta última expresión se reduce a

$$\sigma'_i - \frac{\hat{E}_i}{R} = 0$$

de donde pueden calcularse los gradientes de *stress*. Aplicando este modelo y contrastando con resultados experimentales para dispositivos MEMS fabricados con el mismo proceso y con paletas de dimensiones similares a los nuestros, Aksyuk *et al.* encuentran que paletas formadas de Poly 1 + Poly 2 ( que denotaremos como  $P_{12}$ ) son en general más planas que las formadas por una capa simple, con curvaturas experimentales  $1/R_{P_{12}}$  que varían en un rango de  $\pm 10^{-2} \text{ mm}^{-1}$ , donde los signos indican curvaturas cóncavas y convexas respectivamente. Además, encuentran que los valores de curvatura calculados con el modelo son muy susceptibles a cambios de los gradientes de *stress* y del *stress* residual.

Para caracterizar nuestro osciladores utilizamos la técnica de perfilometría óptica [71]. Esta técnica no sólo nos permite determinar el perfil de alturas de una superficie, sino que también nos da información sobre el radio de curvatura de una región definida de la muestra. Un patrón de interferencia circular es característico de paletas con curvaturas cóncavas o convexas, el cual suele ser modificado levemente con una inclinación de la paleta. La forma de la paleta en la dirección X para uno de nuestros actuadores liberados es mostrado en la figura 3.9. Encontramos curvaturas cóncavas con radios de curvaturas tales que  $1/R_{P_{12}} = +6.66 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^{-1}$  para las dos direcciones ortogonales X e Y. Ajustando estos datos con un círculo se obtienen desviaciones menores del 1% respecto al valor estimado por el programa de adquisición del perfilómetro.

Por otro lado, considerando los valores de *stress* residual  $\sigma_{P1} = -9 \text{ MPa}$  y  $\sigma_{P2} = -10 \text{ MPa}$  dados por MEMSCAP [65] y los gradientes de *stress* reportados por Aksyuk *et al.*, obtenemos una curvatura calculada de  $1/R_{P_{12}} = -3.57 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^{-1}$ . La discrepancia respecto al valor experimental, se debe a que los valores de *stress* residual varían durante el proceso de fabricación para este tipo de paletas y por lo tanto difieren de los valores considerados para las capas individuales. En el caso de paletas fabricada de un sola capa o de la forma Poly 1 + óxido + Poly 2, los valores calculados coinciden con los medidos [70]. Sin embargo, estas últimas estructuras presentan curvaturas más grandes.



**Figura 3.9:** Perfil de alturas en la dirección  $x$  sobre la paleta de Poly1+Poly2 ( $P_{12}$ ), la línea sólida es sólo para facilitar la visualización de la curvatura. Inset: Se indica la dirección donde fue tomada la medida y la región considerada para determinar el radio de curvatura,  $R_{P_{12},x} = 0.15 \text{ m}$ .

Podemos concluir que actuadores con paletas móviles de la forma  $P_{12}$ , como las implementadas en nuestros diseños, presentan pequeñas curvaturas acotadas en el rango  $\pm 10^{-2} \text{ mm}^{-1}$ , lo cual no representa ningún problema para el funcionamiento del sensor.

### 3.3 Conclusiones

Los micro-osciladores de Si, ampliamente usados en medidas de alta sensibilidad, se presentan como la mejor alternativa para las características de la medida que deseamos realizar. En el transcurso del capítulo mostramos los puntos principales a tener en cuenta en el diseño y fabricación de los actuadores y vimos que las características de nuestro diseño, gran tamaño de paleta y pequeños *gaps* electrodo-paleta, nos obligan a tener ciertos cuidados y consideraciones en las etapas de post-procesamiento. Esto es, liberar y secar correctamente las partes móviles y tener en cuenta el material o los materiales estructurales que forman la paleta, para estimar las curvaturas que aparecen debido a las distintas fuentes de *stress*.

En el capítulo siguiente, avanzaremos en la caracterización de los micro-osciladores torsionales fabricados, presentaremos un modelo de capacitor variable que nos permitirá obtener información referida de la inclinación del paleta cuando el sistema es sometido a un torque externo.

# Modelo y caracterización capacitiva de los micro-magnetómetros

Los micro-osciladores torsionales fabricados cuentan con dos electrodos fijos destinados a detectar los cambios de capacidad eléctrica que se producen cuando la paleta del sensor rota un ángulo respecto a su posición de equilibrio. Debido a su fácil implementación y buena sensibilidad, el método de detección capacitiva ha sido ampliamente usado tanto en medidas de sistemas magnéticos [9, 53, 72] como también en medidas precisas de pequeñas fuerzas [52, 54]. Sin embargo también presenta desventajas tales como alta impedancia, componentes parásitos y acoples capacitivos (o *crosstalk*) [73] de la señal de entrada cuando se utiliza un voltaje de excitación alterno. Otras alternativas de detección incluyen sistemas óptico-interferométricos, también con altas sensibilidades, bajo ruido y la posibilidad de realizar medidas a bajas temperaturas [74, 75].

Contar con un modelo matemático representativo cuando se trabaja con sistemas electromecánicos resulta fundamental por dos aspectos principales. En primer lugar, el análisis cuantitativo de las mediciones a partir de los datos crudos requiere un conocimiento acabado de la respuesta del sensor utilizado. En segundo lugar la optimización de un diseño, por ejemplo respecto a la sensibilidad del instrumento, exige una buena descripción matemática del sistema.

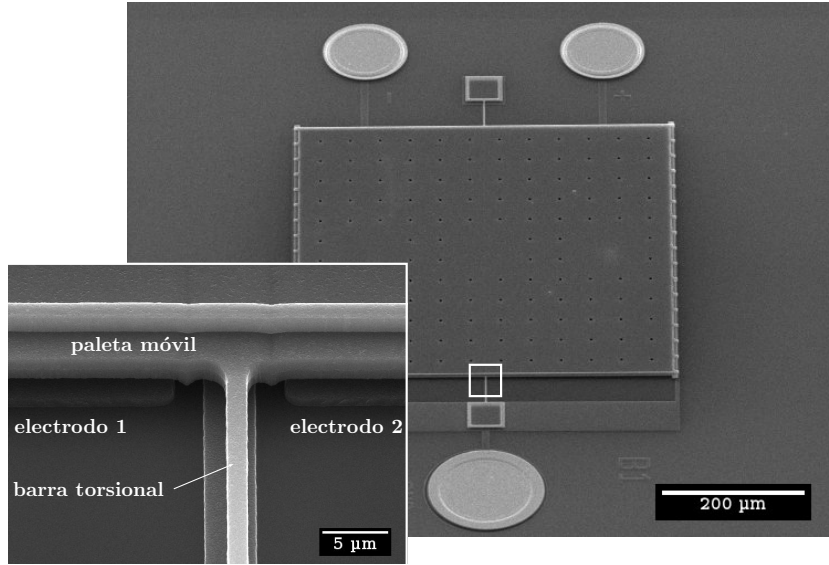
El objetivo de este capítulo es presentar un modelo matemático del micro-oscilador como capacitor variable que nos permita cuantificar las variaciones en el ángulo de inclinación de la paleta cuando actúa un torque externo. Este modelo nos permitirá además caracterizar los micro-osciladores haciendo un análisis de distintas configuraciones cuando un voltaje es aplicado entre paleta y electrodo. De este análisis y debido principalmente a que las fuerzas electrostáticas son no-lineales en el desplazamiento, surge un efecto característico de los dispositivos MEMS denominado *pull-in*, el cual estudiaremos con atención.

Finalmente, mostraremos algunas mediciones experimentales que dan idea del rango de operación del micro-oscilador .

## 4.1 Modelo del micro-oscilador torsional

Al eliminar la capa de óxido de silicio y liberar las estructuras móviles de los micro-osciladores mediante el proceso de *release* y secado, dos capacitores paralelos (paleta-electrodo) con capacidades del orden de  $10^{-1}$  pF, quedan definidos a cada

lado de la barra torsional como muestra la figura 4.1.

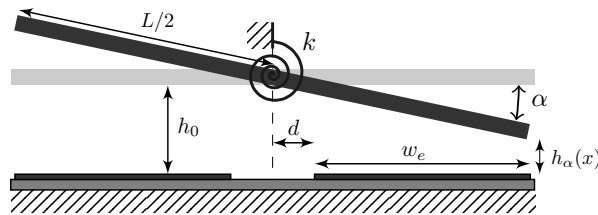


**Figura 4.1:** Detalle de la paleta y los electrodos de uno de los microosciladores posterior a la etapa de release. El secado se realizó usando un equipo comercial semi-automático de secado por punto crítico.

En una aproximación de primer orden, la paleta es considerada un cuerpo rígido que puede inclinarse y donde el único grado de libertad es el ángulo de torsión. Además suponemos que la rotación es estrictamente alrededor del punto donde el resorte se une a la paleta. Sin torque aplicado la paleta se encuentra paralela al sustrato formando un capacitor de placas paralelas con cada electrodo con una capacidad dada por:

$$C_0 = \frac{\epsilon_0 L w_e}{h_0} \quad (4.1)$$

donde  $\epsilon_0$  es la permitividad eléctrica del vacío,  $L$  el largo de la paleta y  $w_e$  el ancho del electrodo. La separación  $h_0$  del capacitor sin torque aplicado, como mencionamos anteriormente, es dada por el espesor de la capa de sacrificio removida en el post-procesamiento. En la figura 4.2 se detalla un esquema del modelo.



**Figura 4.2:** Modelo del oscilador torsional: se detallan los parámetros geométricos del diseño. La paleta de dimensiones  $L \times L$  constituye el oscilador. Dos electrodos de tamaño  $w_e \times L$  tienen como función la detección capacitiva.



Cuando un torque es aplicado, la paleta del oscilador rota un ángulo  $\alpha$  y las placas del capacitor ya no son paralelas. Sin embargo, podemos aproximar este capacitor por una combinación de capacitores de placas-paralelas de longitud  $L$  y ancho diferencial  $dx$  conectados en paralelo [58]. Debido a la simetría del problema respecto a  $\alpha = 0$ , el análisis es presentado sobre uno de los capacitores. Las expresiones correspondientes al otro capacitor se obtienen simplemente cambiando  $\alpha$  por  $-\alpha$ . Por lo tanto, el diferencial de capacidad  $dC$  viene dado por:

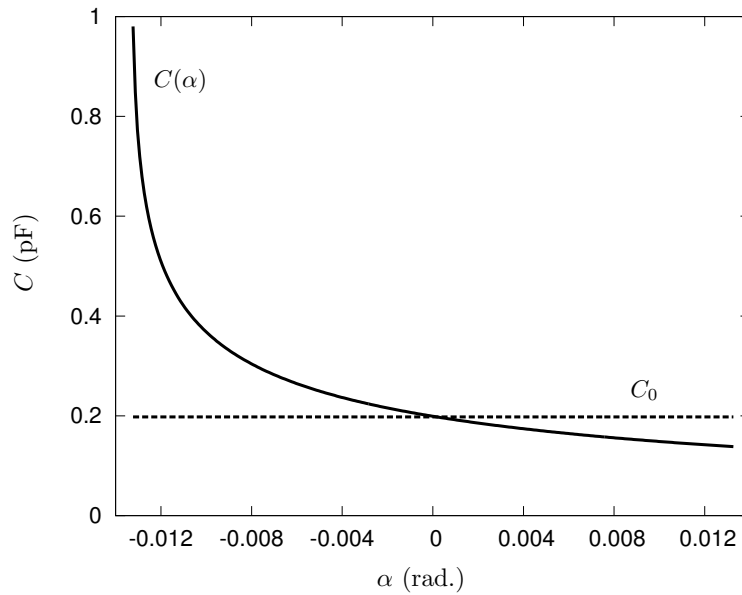
$$dC = \epsilon_0 L \frac{dx}{h_\alpha(x)} \quad (4.2)$$

donde  $h_\alpha(x) = h_0 - x \tan \alpha$ , da la dependencia angular de la distancia de separación. Tomando  $N \rightarrow \infty$ , la capacidad total puede ser calculada como:

$$C = \epsilon_0 L \int_d^{d+w_e} \frac{1}{h_\alpha(x)} dx. \quad (4.3)$$

integrando y considerando pequeños ángulos ( $\tan(\alpha) \approx \alpha$  y  $\cos(\alpha) \approx 1$ ), la capacidad en función de  $\alpha$  viene dada por:

$$C = -\frac{\epsilon_0 L}{\alpha} \ln \left( 1 - \frac{w_e \alpha}{h_0 - d\alpha} \right) = C_0 f(\alpha) \quad (4.4)$$



**Figura 4.3:** Capacidad del micro-oscilador (diseño C2) como función del ángulo  $\alpha$  con  $h_0 = 2 \mu\text{m}$ ,  $L = 300 \mu\text{m}$  y  $w_e = 149 \mu\text{m}$ . Para este diseño la capacidad  $C_0 \approx 0.2 \text{ pF}$ .

Esta ecuación se reduce al valor de capacidad eléctrica de equilibrio,  $C_0$ , cuando el ángulo  $\alpha \rightarrow 0$ . La figura 4.3 muestra la dependencia de la capacidad para uno de los diseños fabricados en el rango de valores que puede tomar el ángulo de rotación,  $\alpha_{max} = \pm h_0/w_e$ .

La expresión 4.4 es de importancia central para este trabajo de tesis, ya que nos permitirá obtener el ángulo inclinación  $\alpha$  desde las medidas experimentales de capacidad eléctrica. Debido a que esto implica resolver una ecuación trascendente, podemos usar un método numérico, por ejemplo Newton-Raphson [76], para resolverla. Finalmente, considerando que  $\alpha = \tau/k$  y usando la ecuación 1.1 la relación entre la deflexión de la paleta y la magnetización de la muestra solidaria al micro-oscilador queda establecida.

## 4.2 Efecto de *pull-in*

Usando los resultados de la sección anterior, podemos caracterizar los micro-osciladores determinando el ángulo de inclinación cuando aplicamos un voltaje entre la paleta y los electrodos. Tanto los actuadores torsionales como los de placas paralelas controlados por voltaje exhiben una característica importante denominada efecto de *pull-in* (o de pegado). Cuando el voltaje alcanza un valor crítico (voltaje de *pull-in*) el actuador adquiere una condición de equilibrio inestable y repentinamente se pega al electrodo. Este efecto tiene origen en el comportamiento electro-mecánico no-lineal que poseen los dispositivos de escalas micrométricas [68, 77], por lo tanto el punto de inestabilidad dependerá de las dimensiones y de las propiedades eléctricas y mecánicas del micro-oscilador.

Implementando distintas estrategias de diseño los efectos producidos en los micro-osciladores cuando ocurre el *pull-in* pueden minimizarse o incluso ser reversibles. Una manera de hacer esto, es mediante la fabricación de *dimples* (pequeños huecos)<sup>1</sup> transferidos a la capa de sacrificio para formar pequeños topes en la parte inferior de los extremos de la paleta y así minimizar el contacto con el electrodo.

Para analizar y cuantificar el *pull-in* de los distintos diseños de micro-osciladores torsionales analizaremos dos configuraciones de excitación cuando un voltaje externo es aplicado. En el Apéndice A se obtienen las expresiones equivalentes correspondientes a un actuador de placas paralelas.

### 4.2.1 *Pull-in* torsional tradicional

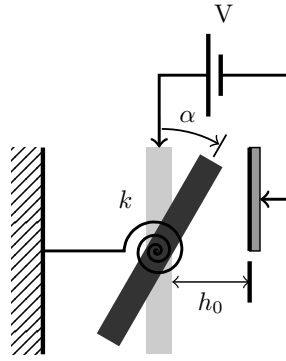
Típicamente el análisis del fenómeno de *pull-in* es realizado planteando un balance de torques o fuerzas en una aproximación cuasi-estática, es decir, sin considerar términos de velocidad y aceleración en la ecuación de movimiento. Los resultados obtenidos analíticamente pueden ser probados mediante simulaciones numéricas [78, 79] y medidas experimentales [80].

En esta sección plantearemos un análisis energético en la misma aproximación cuasi-estática. La primera configuración que analizaremos es el esquema de actuador torsional tradicional. Este tipo de actuadores es comúnmente modelado por el diagrama simplificado de la figura 4.4.

Para un capacitor de tamaño  $w_e \times L$ , la energía almacenada en el capacitor es

---

<sup>1</sup>disponibles en el proceso PolyMUMPS con una profundidad nominal de 750 nm.



**Figura 4.4:** Actuador torsional en una configuración de *pull-in* tradicional.

igual a:

$$E = -\frac{1}{2}C_\alpha V^2 = \frac{\epsilon_0 L V^2}{2\alpha} \ln \left( 1 - \frac{w_e \alpha}{h_0 - d\alpha} \right) \quad (4.5)$$

donde hemos usado la expresión 4.4 para la capacidad  $C_\alpha$  y una convención de signos tal que una energía negativa indica una aproximación del electrodo con la paleta. A partir de este resultado, la energía total del sistema puede ser escrita como sigue:

$$E_T = \frac{1}{2}k\alpha^2 + \frac{\epsilon_0 L V^2}{2\alpha} \ln \left( 1 - \frac{w_e \alpha}{h_0 - d\alpha} \right) \quad (4.6)$$

donde el primer término tiene en cuenta la energía potencial elástica del resorte torsional. Para facilitar las operaciones trabajaremos con cantidades adimensionales. En primer lugar normalizaremos el ángulo de inclinación dividiéndolo por el ángulo máximo que puede alcanzar la paleta  $\alpha_{max} = h_0/w_e$ . Además, normalizaremos  $E' = E/\frac{1}{2}k\alpha_{max}^2$  y  $V' = \sqrt{\frac{\epsilon_0 L w_e^3}{k h_0^3}} V$ . Teniendo en cuenta estas cantidades adimensionales obtenemos:

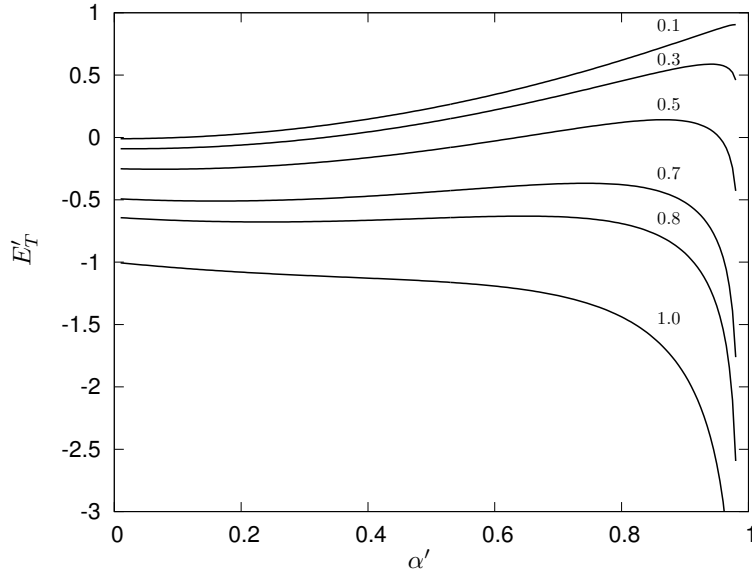
$$E'_T = \alpha'^2 + \frac{V'^2}{\alpha'} \ln \left( 1 - \frac{\alpha'}{g(\alpha')} \right) \quad (4.7)$$

con  $g(\alpha') = 1 - \frac{d\alpha'}{w_e}$ .

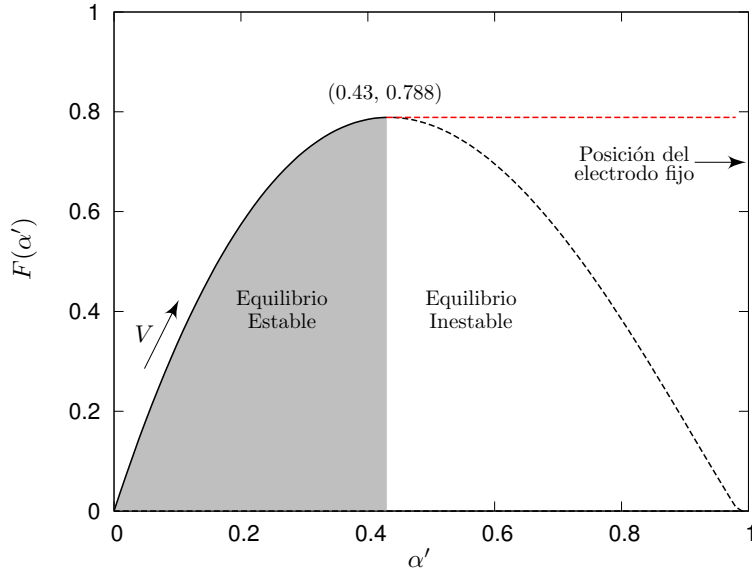
La figura 4.5 muestra el comportamiento de la energía total  $E'_T$  en función del ángulo para distintos valores de  $V'$ . Para  $V' = 0$  la energía muestra un mínimo en  $\alpha' = 0$  donde el sistema permanece estable, salvo que realicemos un torque externo para sacarlo del mínimo. Por otro lado, para el valor más grande de  $V'$  el mínimo de la energía desaparece y el sistema se vuelve inestable. El voltaje  $V'$  crítico para el cual el mínimo de la energía desaparece determina el voltaje de *pull-in*.

Desde la condición de equilibrio de torques ( $dE'_T/d\alpha' = 0$ ) obtenemos:

$$V'^2 = F(\alpha') = \frac{2\alpha'^3}{\left[ \frac{\alpha'/g(\alpha')^2}{1-\alpha'/g(\alpha')} + \ln(1 - \alpha'/g(\alpha')) \right]} \quad (4.8)$$



**Figura 4.5:** Energía total normalizada en función de  $\alpha'$  para distintos  $V'$ . Un cambio de estabilidad se observa para  $V'$  entre 0.7 y 0.8.



**Figura 4.6:** Comportamiento de  $V' = F(\alpha')$ . La flecha indica la evolución de las posiciones de equilibrio incrementando del voltaje hasta que el sistema se vuelve inestable en el punto  $(0.43, 0.788)$ .

En el dominio  $0 < \alpha' < 1$  la función  $F(\alpha')$  tiene un máximo en  $\alpha' = 0.43$  como muestra la figura 4.6. Este punto suele denominarse ángulo de *pull-in*. El voltaje asociado con este punto es dado por  $V'_{pi} = \sqrt{F(0.43)} = \sqrt{0.788}$  que implica:

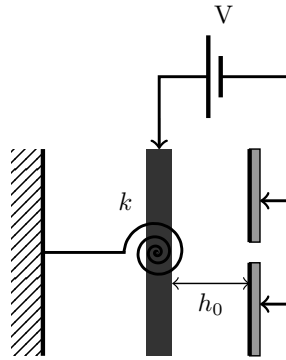
$$V_{pi,1} = \sqrt{\frac{0.788kh_0^3}{\epsilon_0 L w_e^3}} \quad (4.9)$$

Este valor difiere ligeramente de los reportados por Sattler *et al.* [80] y Nielson *et al.* [78], ya que estos autores consideran en su análisis un electrodo fijo de tamaño  $w_e = L/2$  y  $d = 0$  (ver Figura 4.2).

Podemos interpretar estos resultados pensando que al aumentar el voltaje aplicado a la paleta, el ángulo de inclinación aumenta recorriendo puntos de equilibrio estable donde el torque electrostático y el torque restitutivo son iguales. Esto sucede hasta llegar a  $\alpha = 0.43\alpha_{max}$  (una fracción de  $\alpha_{max}$ ) correspondiente al voltaje de *pull-in*. Para voltajes aplicados más altos, el actuador se encuentra en una condición de equilibrio inestable y repentinamente se pega al electrodo.

#### 4.2.2 *Pull-in* torsional en una configuración alternativa

La figura 4.7 muestra el modelo de actuador torsional en una configuración alternativa donde el voltaje es aplicado respecto a los dos electrodos.



**Figura 4.7:** Configuración alternativa aplicando el voltaje  $V$  a los dos electrodos.

En este caso, tenemos que considerar la contribución del torque debido a los dos capacitores. Por lo tanto, a la expresión de la energía total usada en el caso anterior, debemos sumarle la energía debido a una disminución en la capacidad del otro electrodo. Usando la mismas normalizaciones que el caso anterior y reordenando obtenemos:

$$E'_T = \alpha'^2 + \frac{V'^2}{\alpha'} \ln \frac{\left(1 - \frac{\alpha'}{g_-(\alpha')}\right)}{\left(1 + \frac{\alpha'}{g_+(\alpha')}\right)} \quad (4.10)$$

$$\text{con } g_{\pm}(\alpha') = 1 \pm \frac{d\alpha'}{w_e}.$$

Para simplificar las expresiones, analizaremos esta configuración considerando la distancia  $d = 0$  en la Figura 4.2. La condición de equilibrio para este caso viene dada por:

$$\frac{dE'}{d\alpha'} = 2\alpha' - \frac{V'^2}{\alpha'^2} \left[ \frac{2\alpha'}{(1-\alpha')(1+\alpha')} + \ln \frac{(1-\alpha')}{(1+\alpha')} \right] = 0 \quad (4.11)$$

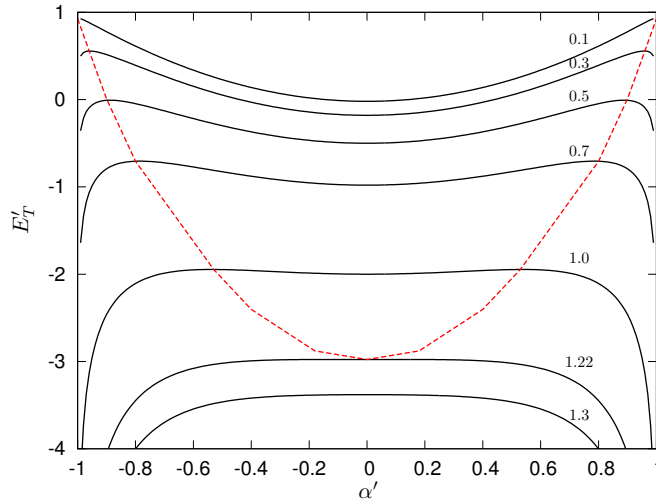
Esta ecuación tiene como solución aproximada  $\alpha' = 0$  y  $\alpha' = \sqrt{\frac{3-2V'^2}{3+V'^2}}$ . Si consideramos los límites

$$L_1(V') = \lim_{\alpha' \rightarrow 0} \frac{d^2 E'}{d\alpha'^2} = 2 - \frac{4V'^2}{3}$$

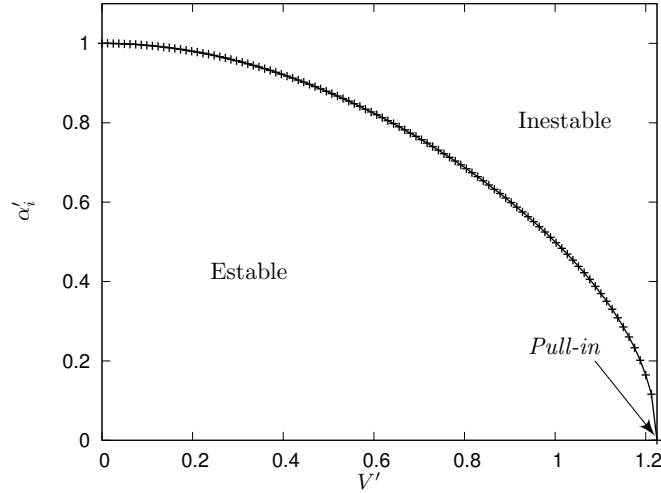
$$L_2(V') = \lim_{\alpha' \rightarrow \sqrt{\frac{3-2V'^2}{3+V'^2}}} \frac{d^2 E'}{d\alpha'^2} = \frac{10}{3} - \frac{4}{V'^2} - \frac{4V'^2}{9}$$

el primero representa un mínimo para valores de  $V' < \sqrt{3/2} = 1.22$ , mientras que el segundo límite es un máximo para el mismo rango de valores. Para  $V' > 1.22$  el sistema se vuelve inestable y el actuador se pega.

A diferencia de la configuración tradicional analizada en primer lugar, el sistema alcanza una condición de *pull-in* sin que el ángulo sea modificado. La figura 4.8 muestra el comportamiento de la energía total como una función del ángulo para distintos valores de  $V'$ . Por lo tanto, generalizando la definición del caso tradicional, definimos el voltaje de *pull-in* como el voltaje en el cual el mínimo de la energía desaparece.



**Figura 4.8:** Energía total normalizada en función de  $\alpha'$  para distintos  $V'$ . La línea a trazos separa la región de estabilidad de la de inestabilidad. El mínimo de la energía desaparece para  $V' > 1.22$  y el sistema se vuelve inestable. Cuando una muestra magnética es montada en este sensor, el torque externo para sacarlo del mínimo en  $\alpha = 0$  es realizado por un torque magnético.



**Figura 4.9:** Ángulo de inestabilidad (correspondiente al máximo de la energía  $E'_T$ ) en función de  $V'$  dado por  $\sqrt{\frac{3-2V'^2}{3+V'^2}}$ , donde se muestran la zonas de estabilidad e inestabilidad del sensor. El pull-in ocurre para  $\alpha = 0$  en  $V' = 1.22$ .

Sin embargo, aunque el sistema se encuentre en un  $V' < 1.22$ , puede ser llevado a una región de inestabilidad realizando un torque externo. La figura 4.9 que representa la dependencia del ángulo de inestabilidad en función del voltaje  $V'$ , resume el comportamiento general del sistema.

Finalmente, si consideramos las dimensiones en  $V' = 1.22$  obtenemos para esta configuración:

$$V_{pi,2} = \sqrt{\frac{3kh_0^3}{2\epsilon_0 L w_e^3}} \quad (4.12)$$

Si comparamos este resultado con el obtenido para la configuración tradicional vemos que

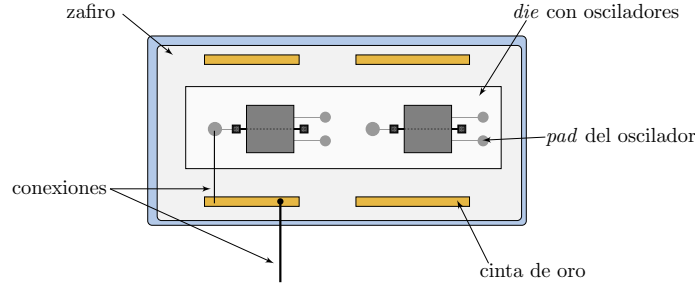
$$V_{pi,2} = 1.31V_{pi,1} \quad (4.13)$$

para el diseño de micro-oscilador C2 con  $h_0 = 2 \mu\text{m}$ ,  $L = 300 \mu\text{m}$ ,  $w_e = 149 \mu\text{m}$  y  $k = 1.5 \cdot 10^{-9} \text{ N} \cdot \text{m} \cdot \text{rad}^{-1}$  obtenemos  $V_{pi,1} = 1.10 \text{ V}$  y  $V_{pi,2} = 1.44 \text{ V}$  respectivamente. En la siguiente sección presentaremos algunas medidas de capacidad eléctrica para este mismo diseño, que serán útiles para comparar con los resultados obtenidos en estas secciones.

## 4.3 Caracterización

Una manera de verificar los modelos presentados y las distintas suposiciones que realizamos para obtenerlos, es caracterizar los dispositivos en presencia de un voltaje externo. Contamos con dos alternativas, una óptica y otra capacitiva, que nos

permitirán explorar distintos aspectos del fenómeno de *pull-in*. Independientemente del método de caracterización que usemos, debemos realizar las conexiones eléctricas de los electrodos y la paleta de los sensores como detallamos a continuación.



**Figura 4.10:** Esquema de contactos para sensores pegados en un zafiro. Se ilustran un contacto microscópico realizado con el wire bonder y una conexión macroscópica.

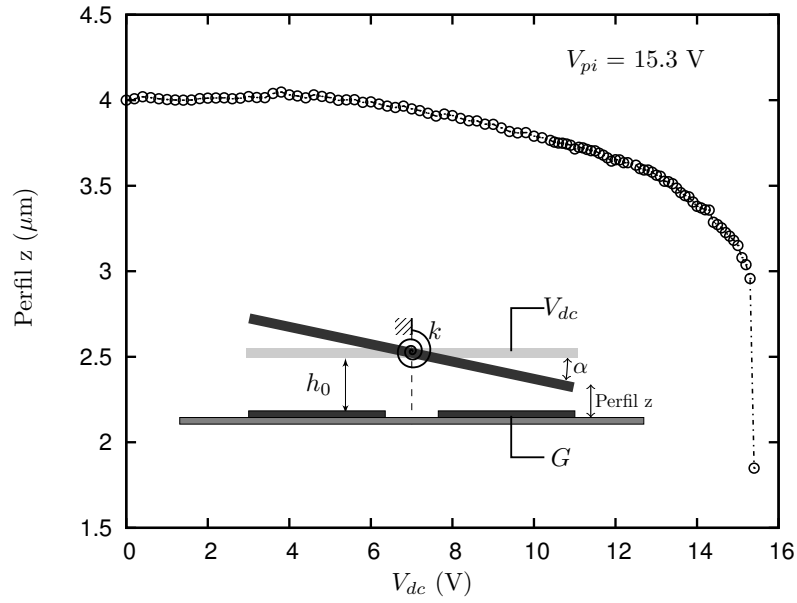
El chip con los micro-osciladores mecánicos liberados es pegado (utilizando el pegamento *epotek* [81]) a un zafiro de dimensiones  $0.5 \times 1 \text{ cm}^2$ , donde previamente hemos pegado cintas de oro, que serán usadas como *pads* o contactos eléctricos macroscópicos. Mediante un soldador *wire bonding* HYBOND Model 522A realizamos los contactos desde los micro-osciladores a las cintas de oro, usando un hilo de oro de 50 micrones. Por otro lado, los contactos macroscópicos son realizados con hilos finos de cobre pegados a la cinta con una gota de *epotek*. La figura 4.10 muestra esquemáticamente lo que describimos arriba. El uso de un zafiro con cintas en lugar de los zócalos comerciales (DIP) reduce considerablemente las capacidades parásitas. Estas capacidades deberán ser reducidas tanto como podamos para obtener una medida precisa de los pequeños cambios en la capacidad del sensor. Esta disposición zafiro-osciladores que acabamos de describir no solo será usada para la caracterización de los micro-osciladores, sino que lo usaremos también para las medidas de torque magnético cuando una muestra superconductora montada sobre la paleta del sensor produzca variaciones en la capacidad en presencia de campo magnético y a bajas temperaturas. Los detalles del montaje de la muestra serán abordados en el Capítulo 6.

### 4.3.1 Caracterización óptica

Con la intención de mostrar el uso de la técnica de perfilometría para estos casos y al mismo tiempo verificar la validez de las expresiones obtenidas para la configuración de *pull-in* torsional en su configuración tradicional, mostraremos algunas medidas realizadas sobre un micro-oscilador ampliamente caracterizado en el laboratorio [50, 51]. El micro-oscilador posee una paleta de dimensiones  $100 \times 50 \mu\text{m}^2$ , un gap inicial de separación de  $2 \mu\text{m}$  y una constante elástica  $5.4 \cdot 10^{-10} \text{ N} \cdot \text{m} \cdot \text{rad}^{-1}$  (resorte de serpentinas) obtenida mediante la expresión 3.2 para  $k_s$ .

En el Capítulo 3 utilizamos la técnica de perfilometría óptica para caracterizar los micro-osciladores. Específicamente la técnica nos permitió determinar la curvatura de la paleta y el perfil de alturas de la estructura respecto al sustrato. Por lo tanto,



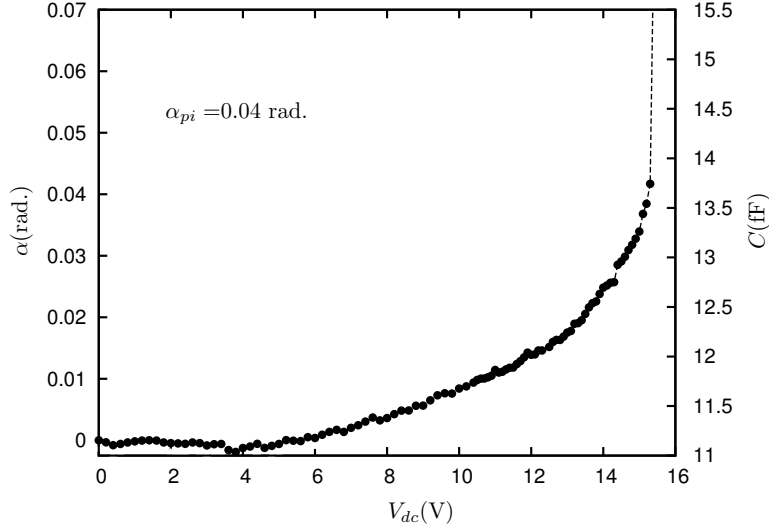


**Figura 4.11:** Altura en dirección  $z$  ( $h_z$ ) del micro-oscilador usando el perfilómetro óptico en función del voltaje externo aplicado en una posición  $x = 22 \mu\text{m}$  e  $y = 50 \mu\text{m}$  de la superficie de la paleta. En  $V = 15.3 \text{ V}$  el sistema se vuelve inestable y repentinamente se pega la paleta con el electrodo. Inset: Detalle esquemático de la conexiones,  $G$  representa la tierra (ground).

esta técnica puede ser utilizada nuevamente aquí para describir la evolución de la altura de la paleta cuando aplicamos distintos voltajes. En la figura 4.11 se muestran las medidas del perfil de la micro-estructura en la dirección  $z$ . Estos resultados muestran claramente que para un voltaje  $V = 15.3 \text{ V}$  el sistema alcanza el valor de *pull-in* y repentinamente se pega. Esto es mostrado en la figura como un salto en el valor del perfil de alturas. El voltaje de *pull-in* calculado con la expresión 4.9 y con las características del micro-oscilador, es  $15.7 \text{ V}$ , en muy buen acuerdo con el valor medido. En el inset de la figura 4.11 se esquematizan las conexiones usadas.

A partir de estas medidas de perfil (a las que referiremos como  $h_z$ ) y de las características del oscilador podemos estimar como varía el ángulo de inclinación dado por  $\alpha = (h_0 - h_x)/x$ , donde usamos  $x = 22 \mu\text{m}$  la posición de referencia para tomar las alturas y  $h_x = h_z - t_{e,p}$ . Donde  $t_{e,p} = 2 \mu\text{m}$  para este caso y representa el espesor del electrodo más el de la paleta (fabricada en Poly 1). En este punto podemos usar la expresión para  $C_\alpha$  (ec. 4.4) desarrollada en la primera sección, para obtener la capacidad eléctrica de las medidas de ángulo  $\alpha$ .

La figura 4.12 muestra estas dos cantidades en función del voltaje aplicado y la inestabilidad cuando el pull-in es alcanzado. El valor obtenido con el modelo analítico para la posición angular en la cual se produce la inestabilidad  $\alpha_{pi} = 0.44\alpha_0 = 0.036 \text{ rad}$  está en buen acuerdo con lo obtenido experimentalmente. Una observación importante que debemos hacer respecto a las medidas realizadas para los distintos perfiles, es que en presencia de un voltaje aplicado la paleta del oscilador no solo se inclina un ángulo  $\alpha$ , sino también se producen pequeños desplazamientos en la dirección  $z$ , que deben ser tenidos en cuenta ya que agregan una capacidad



**Figura 4.12:** Ángulo de inclinación  $\alpha$  (en radianes) y capacidad  $C$  (en femtofaradios) en función del voltaje externo aplicado. Se observa el salto en la capacidad debido a la inestabilidad que se produce en  $\alpha_{pi} = 0.04$  rad y  $V_{pi} = 15.3$  V. Capacidades del orden de 10 fF son típicas de estos sensores.

eléctrica adicional. Sin embargo, estos efectos pueden ser minimizados realizando medidas en una configuración diferencial.

Un análisis de los datos mostrados en la figura 4.12 nos permite determinar experimentalmente la constante elástica del sistema. Si tomamos la ecuación 4.7 y expandimos en serie de potencias de  $\alpha$  y nos quedamos con el primer término obtenemos

$$V'^2 \approx 4\alpha' \quad (4.14)$$

que implica

$$V^2 \approx \frac{4kh_0^2}{\epsilon_0 Lw^2} \alpha \quad (4.15)$$

Por lo tanto, si graficamos  $V^2$  en función de  $\alpha$ , la pendiente  $m_k$  será proporcional a la constante de torsión elástica,  $k$ , dada por:

$$k = \frac{m_k \epsilon_0 Lw^2}{4h_0^2}$$

para los datos antes presentados obtuvimos  $m_k \approx 10^4 \text{ V}^2 \cdot \text{rad}^{-1}$  lo que nos da una constante elástica  $k \approx 3.45 \cdot 10^{-10} \text{ N} \cdot \text{m} \cdot \text{rad}^{-1}$  en un acuerdo razonable con el valor teórico calculado  $5.4 \cdot 10^{-10} \text{ N} \cdot \text{m} \cdot \text{rad}^{-1}$ .

Medidas ópticas que caracterizan el perfil  $z$  en diseños B5 con tamaños de paleta de  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$ , muestran valores *pull-in* medidos del orden de  $V_{pi,1} = 1.5$  V y valores calculados de 0.95 V. Si bien las medidas ópticas presentadas en esta sección se caracterizan por presentar bajos niveles de ruido debido principalmente al

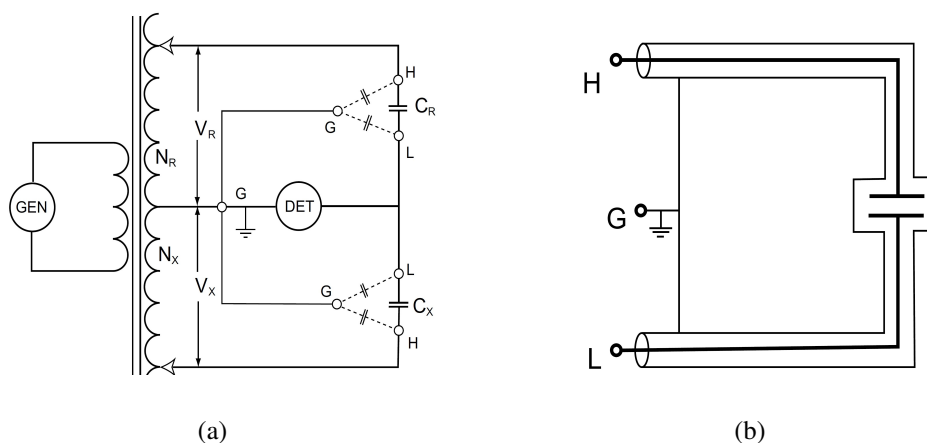
desacople con las señales de excitación, en general es difícil su implementación a bajas temperaturas.

### 4.3.2 Caracterización capacitiva

En la caracterización óptica obtuvimos en forma casi directa el ángulo de inclinación  $\alpha$  en función del voltaje aplicado. Esto nos permitió, a partir del modelo desarrollado, obtener el comportamiento de la capacidad eléctrica del micro-oscilador. De ahora en más, usaremos la relación para  $C_\alpha$  de la manera inversa, es decir determinaremos la inclinación de la paleta a partir de las medidas de capacidad eléctrica. Por lo tanto, una medida precisa de la capacidad nos permitirá una estimación precisa del ángulo. A continuación, presentaremos la técnica de medición usada para determinar los cambios de capacidad eléctrica. Dedicaremos particular atención al capacímetro comercial de alta precisión de Andeen-Hagerling 2700A y finalmente analizaremos mediciones realizadas en uno de los diseños.

#### 4.3.2.1 Capacímetro de alta precisión

El capacímetro de Andeen-Hagerling 2700A (AH 2700A) [82] ha sido ampliamente usado para estudiar propiedades físicas en diversos sistemas, tales como estudios de dilatometría [83], magnetometría [84], transiciones de fase [85], etc. Basado en un transformador de punto medio, el puente capacitivo puede medir cambios en la capacidad con una resolución de unas pocas partes por millón.



**Figura 4.13:** (a) Esquema del circuito del puente de capacidades AH2700A (b) Esquema del capacitor de tres-terminales H, L y G en el que se basa el puente AH2700A para determinar el valor de  $C_x$  sin ser afectada la medida por los cambios capacidad respecto a tierra

El circuito básico, mostrado en la figura 4.13a, consta de un generador AC conectado a un devanado primario para excitar el núcleo del transformador, mientras que el punto medio del devanado secundario está conectado a un detector. La capacidad de referencia  $C_R$  es un capacitor de silicio fundido controlado en temperatura y

calibrado muy precisamente. Para una caída de tensión nula a través del detector (condición de puente balanceado), la siguiente relación debe ser satisfecha:

$$\frac{V_R}{j\omega C_R} = \frac{V_x}{j\omega C_x} \quad (4.16)$$

que es equivalente a

$$\frac{C_x}{C_R} = \frac{V_x}{V_R} = \frac{N_x}{N_R} \quad (4.17)$$

donde  $\omega$  es la frecuencia del generador del puente (de 50 Hz a 20 KHz para este modelo),  $N_R$  y  $N_x$  el número de vueltas de los devanados secundarios en cada rama, controladas por el microprocesador del AH2700A cuando se realiza el balance.

Una de las características más importantes en los circuitos implementados en este tipo de puentes capacitivos [86, 82], es que ambos capacitores  $C_x$  y  $C_R$  están conectados en una configuración denominada de tres terminales (Figura 4.13b), donde los terminales  $H$  y  $L$  representan los centros de los conectores BNC en el panel del AH2700A y las tierras correspondientes están conectadas entre sí y a la carcasa del capacitor. En esta configuración los cambios de capacidad con respecto a tierra  $C_{HG}$  y  $C_{LG}$  no afectan a la capacidad que deseamos medir  $C_{HL} = C_x$ , la que solo es determinada por su geometría interna o por sus propiedades dieléctricas.

Del esquema del circuito es claro que el propósito de los cables  $H$  y  $L$  es muy diferente. Por un lado, los cables  $H$  de las capacidades  $C_x$  y  $C_R$  están conectados a la baja impedancia del devanado secundario. En contraste, los cables  $L$  de  $C_x$  y  $C_R$  están conectados a la alta impedancia del detector. Ya que el detector mide pequeñas señales a través del cable  $L$ , el blindaje de los cables conectados al terminal  $L$  debe ser cuidadosamente puesto a tierra, ya que incluso pequeñas vibraciones mecánicas pueden producir señales de voltaje significativas [87].

En la siguiente sección presentamos medidas de capacidad realizadas sobre uno de los diseños utilizando el puente de capacidades que acabamos de describir. Al igual que la caracterización óptica esto nos dará información relevante acerca de la respuesta del dispositivo a un torque externo.

#### 4.3.2.2 Medidas de Capacidad

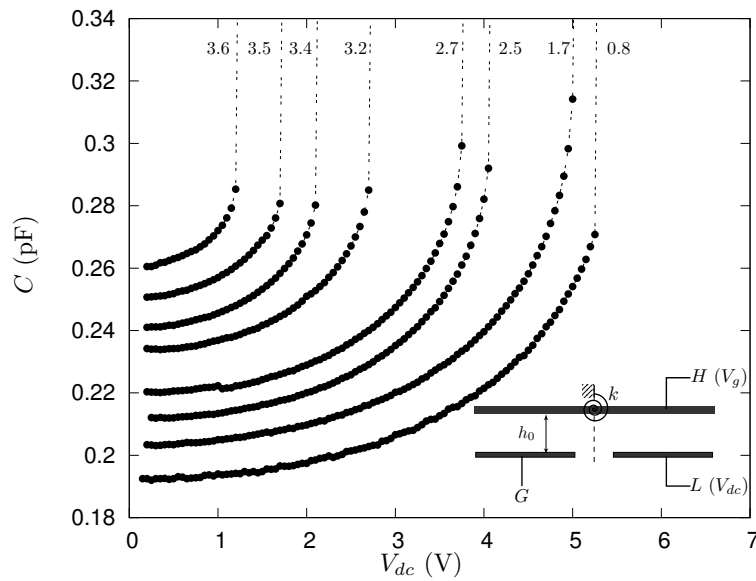
Las medidas de capacidad han sido realizadas en vacío usando el diseño C2 con las dimensiones anteriormente especificadas y con una capacidad sin torque aplicado igual a  $C_0 \approx 0.2$  pF. Al igual que en la caracterización óptica nos interesa determinar los cambios en la capacidad (y por lo tanto en el ángulo de inclinación) en presencia de un voltaje aplicado. En este punto es necesario aclarar que debido al método de medida el voltaje aplicado al sistema es la suma de la tensión rms  $V_g$  del generador del puente aplicada a la paleta por medio del terminal *high* ( $H$ ) y la tensión continua  $V_{dc}$  que aplicaremos a unos de los electrodos mediante el terminal *low* ( $L$ ) del puente <sup>2</sup>. El otro electrodo es conectado a tierra y la frecuencia  $\omega$  del generador es elegida mayor a la frecuencia de resonancia del modo torsional del micro-oscilador.

<sup>2</sup>El AH2700A tiene la posibilidad de aplicar voltajes DC desde una fuente externa a un terminal de BIAS, que se conecta al terminal  $L$  a través de una resistencia interna.

Debido al alto factor de calidad  $Q$  de estos micro-osciladores y al desacople entre los distintos modos de oscilación, no esperamos excitar otro modo eligiendo un valor de frecuencia del generador intermedio a las frecuencias de los dos primeros modos.

Este esquema de medición nos recuerda a la segunda configuración de pull-in estudiada secciones atrás donde la energía del sistema para un valor del voltaje  $V = V_g$  posee un mínimo en  $\alpha = 0$  y el sistema permanece estable, salvo que  $V$  supere al voltaje de pull-in o cuando sin superarlo se aplica un torque externo (en este caso realizado por la tensión continua  $V_{dc}$ ) que saca al sistema del mínimo al superar un ángulo de inestabilidad (como fue mostrado en la Figura 4.8). Este ángulo crítico disminuye a medida que  $V$  se acerca al valor de *pull-in*.

La figura 4.14 muestra las distintas curvas de la variación de la capacidad en función del voltaje  $V_{dc}$  para distintos voltajes el generador del puente  $V_g$  y operando a una frecuencia  $\omega = 20$  kHz. Para un voltaje  $V_g$  fijo, el aumento de la capacidad eléctrica indica que la paleta se inclina hacia el electrodo a medida que el voltaje  $V_{dc}$  aumenta. Cuando el ángulo de inestabilidad es superado la paleta se pega al electrodo indicado en la figura por el cambio brusco en la capacidad eléctrica.



**Figura 4.14:** Capacidad en función del voltaje  $V_{dc}$  a distintos voltajes del generador  $V_g$  para un micro-oscilador de dimensiones  $L = 300 \mu\text{m}$  y  $w_e = 149 \mu\text{m}$ . Inset: Esquema de las conexiones entre el micro-oscilador y el puente AH2700A.

Por otro lado, cuando el valor de  $V_g$  aumenta, la separación entre los electrodos y la paleta disminuye <sup>3</sup> (sin modificarse el ángulo de inclinación), por lo tanto la capacidad aumenta. Una nueva condición inicial es definida y la inestabilidad debido al aumento de  $V_{dc}$  es alcanzada antes. Para un voltaje mayor que  $V_g = 3.6$  V el micro-oscilador se vuelve inestable y se pega sin la necesidad de aplicar un voltaje dc externo. En este punto se ha alcanzado el voltaje de *pull-in*.

<sup>3</sup>Debido a que la fuerza electrostática entre placas es siempre atractiva.

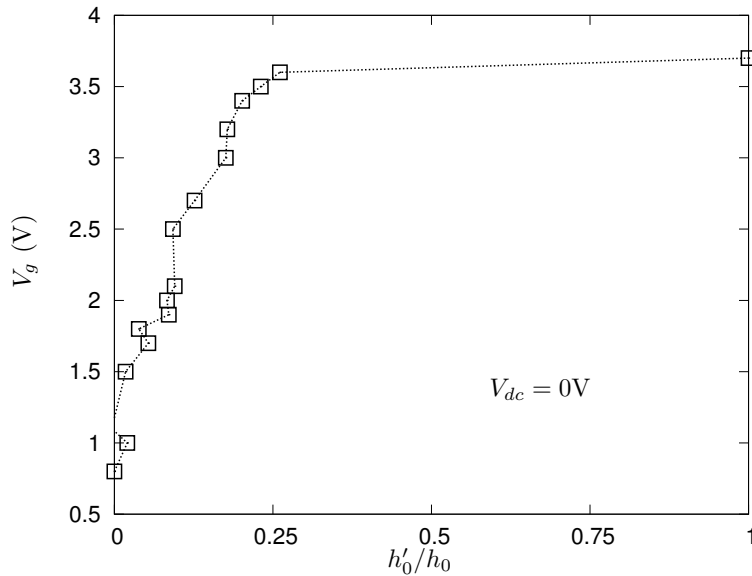
De las diferencias de capacidad entre las curvas para distintos  $V_g$  y de las expresión para la capacidad del capacitor de placas paralelas podemos estudiar la evolución de la distancia de separación,  $h'_0$ , entre la paleta y el electrodo a medida que modificamos el voltaje del generador para un  $V_{dc} = 0$ . Formalmente, podemos escribir

$$C'(V_g) = C_0 + \delta C(V_g) \quad (4.18)$$

y por lo tanto

$$h'_0 = \frac{\epsilon_0 L w_e}{C_0 + \delta C} \quad (4.19)$$

El comportamiento del *gap* de separación es mostrado en la figura 4.15. Se observa que cuando la distancia de separación alcanza aproximadamente  $0.26h_0$ , correspondiente al voltaje del generador  $V_g = 3.6$  V se produce el *pull-in* del sistema. El hecho de que esta separación sea menor que  $0.33h_0$ , la distancia de inestabilidad de un actuador de placas paralelas (configuración tradicional desarrollada en el Apéndice A), nos indica que la inestabilidad se produce debido a una torsión de la paleta y no a una flexión hacia abajo de la misma.



**Figura 4.15:** Voltaje  $V_g$  como una función de  $h'_0/h_0$ . Cuando la paleta ha recorrido verticalmente aproximadamente  $0.26h_0$ , se produce el fenómeno de pull-in. Como esta distancia es menor que la distancia de pull-in de un actuador de placas paralelas, podemos asegurar que la inestabilidad se produce por la rotación de la paleta.

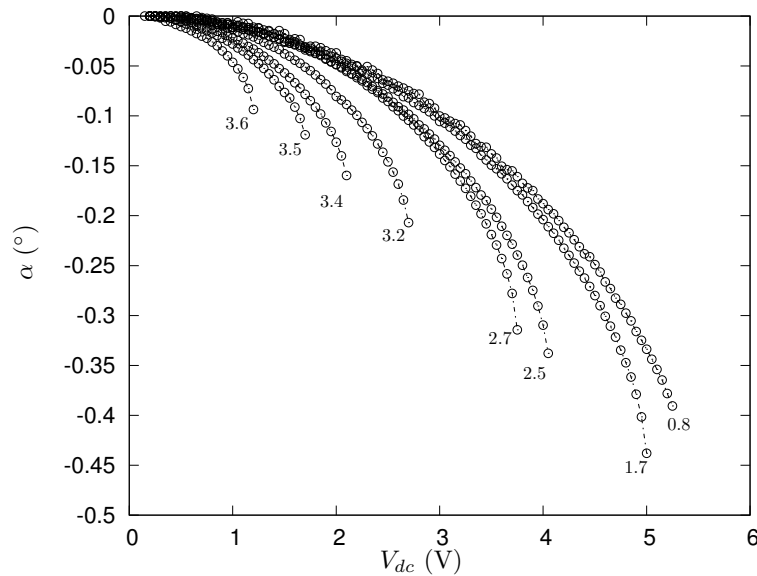
Si bien los resultados obtenidos presentan el mismo comportamiento general predicho por el análisis teórico y tienen una consecuencia directa en las medidas de capacidad eléctrica que realizaremos más adelante con el puente capacitivo AH2700A, el valor de pull-in medido  $V_{pi} \approx 3.7$  V difiere significativamente del valor

teórico estimado de  $V_{pi,2} = 1.44$  V para la segunda configuración de pull-in torsional estudiada. Esta diferencia puede deberse a que cuando se realiza la medida de la capacidad, la tensión del generador  $V_g$  seleccionada no es la tensión ( $V_H$ ) que aparece en el terminal  $H$  del capacitor bajo estudio. Estas diferencias son reportadas en otros trabajos [87], donde son atribuidas a la resistencia finita del devanado secundario, lo que genera un divisor de tensión con el capacitor  $C_{HG}$ . Por lo tanto, se espera una disminución de  $V_H$  debido a la caída de tensión en la capacidad  $C_{HG}$ .

Como veremos en la sección siguiente, nos bastará con elegir una tensión donde el rango de estabilidad sea grande y donde además podamos obtener medidas de capacidad con bajo ruido. Con rango de estabilidad nos referimos al rango de valores de ángulo  $\alpha$  en los cuales el actuador es estable para un voltaje del generador dado.

#### 4.3.2.3 Rango de estabilidad del micro-oscilador

Podemos avanzar en el análisis de los datos obtenidos estudiando el comportamiento del ángulo de rotación de la paleta del sensor cuando el voltaje externo es aplicado. Resolviendo en forma numérica la expresión 4.4 para  $C(\alpha)$ , obtenemos el ángulo de inclinación de la paleta en función del voltaje  $V_{dc}$ . Un ángulo de inclinación mayor (en valor absoluto) indica una rotación mayor de la paleta respecto del electrodo.



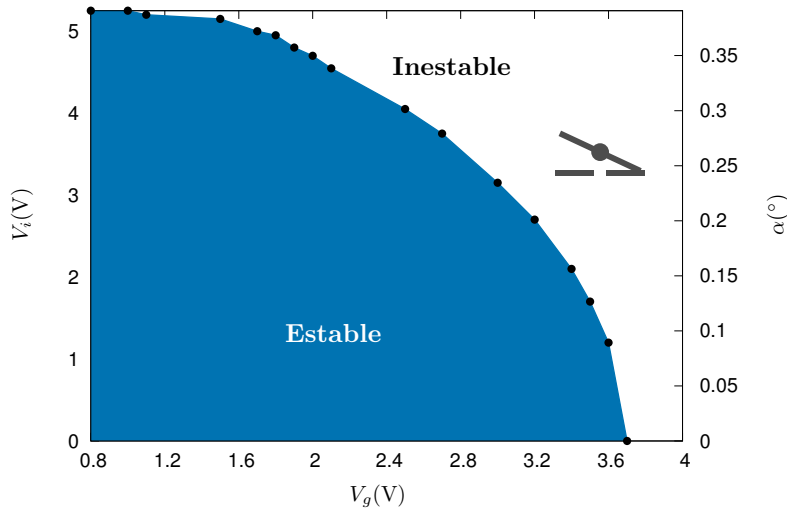
**Figura 4.16:** Ángulo de torsión (en grados) en función del voltaje  $V_{dc}$  a distintos voltajes del generador  $V_g$ . Para obtener estos resultados hemos resuelto numéricamente la expresión 4.4 para  $C(\alpha)$ . Para voltajes del generador  $V_g < 0.8$  V en general observamos medidas de capacidad ruidosas, mientras que para voltajes mayores el rango de estabilidad disminuye. Finalmente si  $V_g > 3.6$  V el actuador se pega.

Los resultados son mostrados en la figura 4.16 para los mismos voltajes del

generador anteriormente presentados.<sup>4</sup>

En la figura 4.16 resulta clara la disminución del ángulo de inestabilidad con el aumento del voltaje del generador. Como mencionamos en la sección anterior, cuando aumentamos el voltaje  $V_g$  una nueva condición inicial es definida sin modificarse la inclinación de la paleta, esto último es indicado en la figura por el hecho de que todas las curvas empiezan en  $\alpha = 0$ . Como la condición inicial ha sido modificada el ángulo de inestabilidad disminuye.

Finalmente en la figura 4.17 resumimos los resultados obtenidos para la caracterización capacitiva del sensor. Esta figura representa una especie de diagrama de fase, donde queda determinado el rango de estabilidad del micro-magnetómetro, en consonancia con lo mostrado en la figura 4.9 de la sección anterior. Si multiplicamos el eje del ángulo de inestabilidad  $\alpha_i$  por la constante elástica del resorte  $k$ , obtenemos la estabilidad del actuador representada en el rango de torques.



**Figura 4.17:** Voltaje de inestabilidad para distintos voltajes  $V_g$  del puente de capacidades para el diseño C2. El actuador se vuelve inestable cuando llevamos el sistema por encima del voltaje  $V_i$  con  $V_g$  fijo; o bien cuando el sistema es llevado a un  $V_g > 3.6V$ .

Del diagrama se observa que el rango de operación del sensor se ve reducido al aplicar grandes voltajes del generador del puente capacitivo. Mientras que para voltajes demasiado bajos las medidas de capacidad suelen ser ruidosas. Un voltaje del generador  $V_g$  del orden de 1 a 1.6 V rms resulta adecuado para las medidas de capacidad realizadas con estos sensores. El diagrama y el valor de  $V_g$  elegido dependerán del diseño de sensor que deseamos utilizar. Fijando este voltaje el rango de estabilidad determinará el máximo torque magnético externo que puede medir el sensor antes de pegarse.

<sup>4</sup>De ahora en más, los valores de ángulo de inclinación de la paleta  $\alpha$  serán expresados en grados.



## 4.4 Conclusiones

Uno de los resultados más importantes de este capítulo es la expresión para  $C_\alpha$  que relaciona la capacidad con el ángulo de inclinación de la paleta. Esto no sólo nos permitió caracterizar los micro-osciladores sino que también será importante para las medidas de magnetización de las muestras macladas de YBCO que realizamos en presencia de campo magnético y a bajas temperaturas.

En el presente capítulo además estudiamos distintas configuraciones de excitación para los actuadores torsionales, donde se presenta el fenómeno de pull-in. Obtuvimos las expresiones correspondientes al voltaje de *pull-in* como función de las dimensiones del actuador, la permitividad eléctrica y la constante elástica del resorte.

Finalmente presentamos medidas de perfilometría óptica y capacidad eléctrica para distintos diseños que nos permitieron estudiar las distintas configuraciones donde se presenta el *pull-in*. La determinación del rango de estabilidad impuesto por las características del micro-oscilador y por el método de medición, constituye otra de las conclusiones más importantes de este capítulo, ya que define el rango de torques donde podremos utilizar nuestros dispositivos.



## PARTE III

# **Detalles Experimentales**



## Fabricación de Discos Superconductores de YBCO

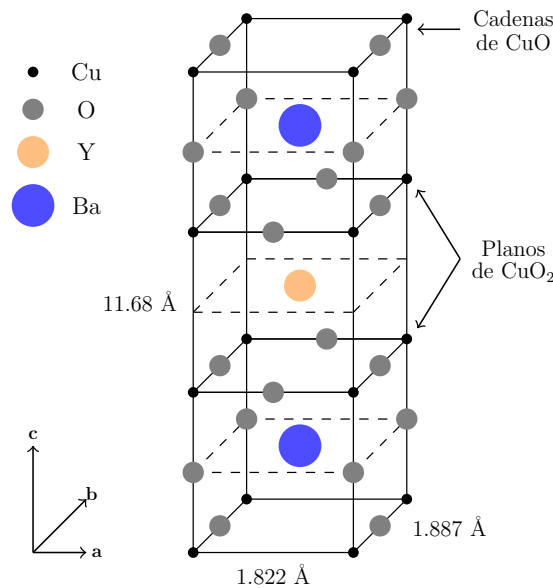
Como hemos indicado previamente, basándonos en los antecedentes de las medidas realizadas por Aksyuk *et al.* [53] y Bolle *et al.* [9] y las medidas realizadas en nuestro laboratorio [50, 51], los micro-osciladores torsionales han sido exitosamente usados como magnetómetros de alta sensibilidad para el estudio de muestras superconductoras de tamaños micro- y nanométricos. En relación a nuestra medida, usaremos cristales de pequeñas dimensiones adecuados al tamaño del sensor, pero lo suficientemente grandes de manera tal que cuenten con un gran número de vórtices. Esto último nos permitirá detectar los cambios de orientación respecto al defecto, cuando la temperatura y el ángulo sean modificados en presencia de un campo magnético externo.

Anteriormente presentamos los aspectos más importantes referidos al diseño, fabricación y caracterización de los sensores de torque. El siguiente paso es seleccionar o fabricar muestras superconductoras de tal manera que tengan las características mencionadas arriba, es decir, que posean dimensiones consistentes con la paleta móvil del sensor. Una alternativa es hacer uso de una o varias técnicas que nos permitan, partiendo de un monocristal macroscópico, adecuar el tamaño de las muestras. Como fue abordado brevemente en el Capítulo 3, cuando mostramos la caracterización de los sensores fabricados mediante la realización de secciones transversales, la técnica de *focused ion beam* (FIB) se presenta como una alternativa válida para la realización de cortes precisos, que pueden ser utilizados para fabricar muestras a la medida de nuestros requerimientos. El objetivo de este capítulo es mostrar las características principales de esta técnica y el protocolo usado para fabricar, de una manera rápida y eficaz, muestras mesoscópicas de distintos tamaños y geometrías a partir de un monocristal macroscópico.

En la primera sección de este capítulo resumiremos las características de los cristales de YBCO con defectos planares que usaremos para estudiar la naturaleza de la transición de fase del vidrio de Bose. En la sección final, mostraremos la caracterización de las muestras fabricadas mediante FIB utilizando la técnica de decoración magnética.

## 5.1 Cristales maclados de YBCO

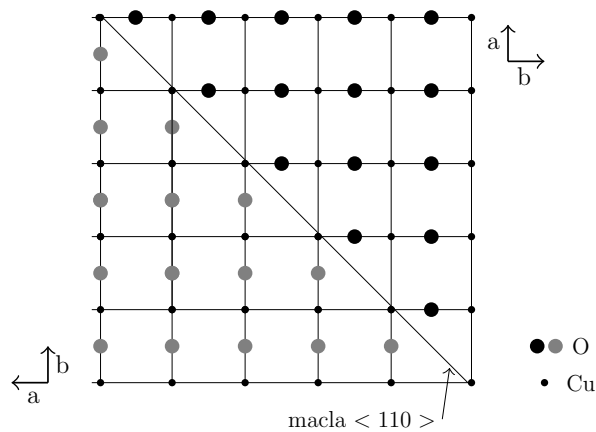
Dentro de los SAT, el  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (YBCO) es uno de los materiales superconductores más estudiados experimentalmente. Como se muestra en la figura 5.1, posee una estructura laminar del tipo perovskita en la cual planos superconductores de  $\text{CuO}_2$  constituyen uno de los elementos estructurales más importantes, de los cuales se cree dominan las propiedades superconductoras del material. Dependiendo de la elección estequiométrica, la celda unidad del cristal contiene un número variado de planos de  $\text{CuO}_2$ . En adición, el YBCO contiene cadenas de  $\text{CuO}$  que sirven como reservorios para el control de la densidad de electrones en los planos [20].



**Figura 5.1:** Estructura cristalina del superconductor YBCO. Se detallan los valores (en  $\text{\AA}$ ) de los parámetros de red  $a$ ,  $b$  y  $c$ .

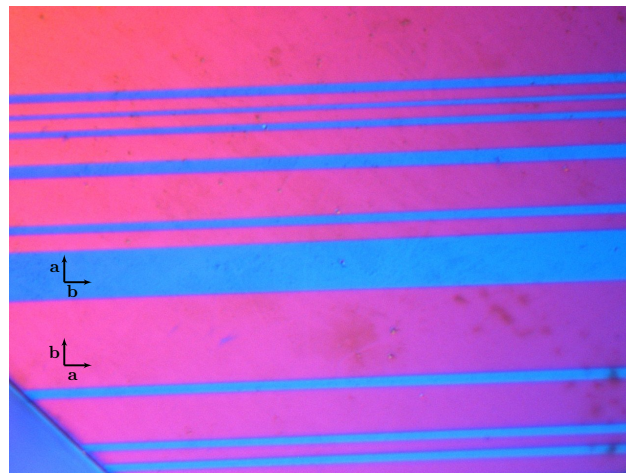
Monocristales de YBCO aunque sean de alta calidad, crecen naturalmente con una serie de defectos. Los defectos puntuales y las maclas son los más importantes para la dinámica del sistema de vórtices. La presencia de maclas produce un incremento del anclaje a altas temperaturas pero las mismas se vuelven canales para facilitar la penetración del flujo a bajas temperaturas. La importancia del anclaje mediante maclas en YBCO fue demostrado experimentalmente por Kwok *et al.* [37].

Estos defectos, también presentes en monocristales de  $\text{La}_2\text{CuO}_4$  (LCO), surgen de la necesidad de acomodar tensiones provenientes de una transición tetragonal - ortorrómbica como resultado del reordenamiento de vacancias de oxígeno. Estos defectos dependen fuertemente del proceso de crecimiento y del tratamiento termomecánico aplicado a la muestra. A altas temperaturas los átomos de oxígeno de los planos basales pueden moverse por activación térmica entre los sitios en la dirección  $\hat{a}$  y  $\hat{b}$ . A la temperatura de crecimiento del material ( $> 900^\circ\text{C}$ .) las poblaciones de sitios son iguales y el material es tetragonal. Al disminuir la temperatura por debajo de  $500 - 700^\circ\text{C}$ , el YBCO cambia su estructura a ortorrómbica. Durante el crecimiento del cristal en la fase ortorrómbica y debido a que las dimensiones de  $\hat{a}$  y



**Figura 5.2:** Esquema de una macla idealizada mostrada en un corte en los planos basales.

$\hat{b}$  son levemente diferentes, pueden ocurrir inversiones de las direcciones cristalinas manteniendo la orientación  $\hat{c}$  a lo largo de la muestra. Estos dominios, diferenciados por tener orientaciones  $\hat{a}$  y  $\hat{b}$  intercambiadas como se muestra en la figura 5.2, se mantienen a bajas temperaturas. Los bordes de dominio, que se propagan a lo largo del eje  $c$  de lado a lado del cristal formando planos de defectos correlacionados, se denominan *maclas* o *twin boundaries*.



**Figura 5.3:** Micrografía óptica usando luz polarizada de un cristal maclado de YBCO. Las zonas con diferente contraste corresponden a diferentes orientaciones del cristal debido a la presencia de maclas.

En la figura 5.3 mostramos uno de los monocristal maclado de YBCO que utilizaremos en esta tesis previo la realización de los cortes. Debido a la leve diferencia de conductividad entre los ejes cristalinos  $\hat{a}$  y  $\hat{b}$ , adquieren bajo la luz polarizada distintas tonalidades celeste y rosado. Bajo la luz blanca aparecen como líneas de color anaranjado amarillento. Las maclas ocurren frecuentemente con la misma dirección o en familias ortogonales de lamellas (colonias). La distancia entre maclas depende de la condiciones de crecimiento, dopaje, etc y típicamente varía

entre 200 Å a 2000 Å [88, 89].

## 5.2 Focused ion beam (FIB)

Muestras superconductoras mesoscópicas a partir de monocristales macroscópicos de  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_4$  (BSCCO) han sido obtenidos con éxito en trabajos previos realizados en el laboratorio [50]. La técnica utilizada consiste en un proceso que incluye litografía óptica, ataque físico mediante  $\text{Ar}^+$  y finalmente el clivado de la muestras para obtener discos de entre 10  $\mu\text{m}$  y 50  $\mu\text{m}$  de diámetro y 1  $\mu\text{m}$  de espesor.

Si bien este método resulta exitoso para este material, no podemos implementarlo para obtener discos de YBCO debido a la dificultad de clivar monocristales de este superconductor en forma controlada, por lo tanto debemos pensar en otra estrategia. Conservando la estrategia del ataque iónico, la técnica de *focused ion beam* (FIB) puede ser utilizada para realizar cortes localmente sobre cualquier monocristal y así obtener muestras de distinto tamaño y geometría.

La técnica FIB, que surge de la tecnología usada para la fabricación de circuitos integrados y preparación de muestras para el microscopio electrónico de transmisión TEM, funciona de manera similar a la microscopía electrónica de barrido SEM, pero sus capacidades van mucho más allá de la formación de imágenes. La diferencia fundamental entre FIB y SEM es el uso de un haz de iones de  $\text{Ga}^+$  finamente enfocado ( $< 10 \text{ nm}$ ) en lugar del haz de electrones. Debido a que los iones son mucho más grandes y más pesados que los electrones, aparecen otros fenómenos físicos importantes cuando el haz interactúa con la muestra. En particular, el alto momento lineal de los iones se transfiere a los átomos de la muestra dentro de una distancia muy corta, por lo que la velocidad y la energía resultante de los átomos de la muestra son suficientemente altas para expulsarlos de la matriz circundante. Este proceso se llama comido o frezado (*milling*) y encuentra su mayor aplicación en la fabricación de micro y nanoestructuras [64].

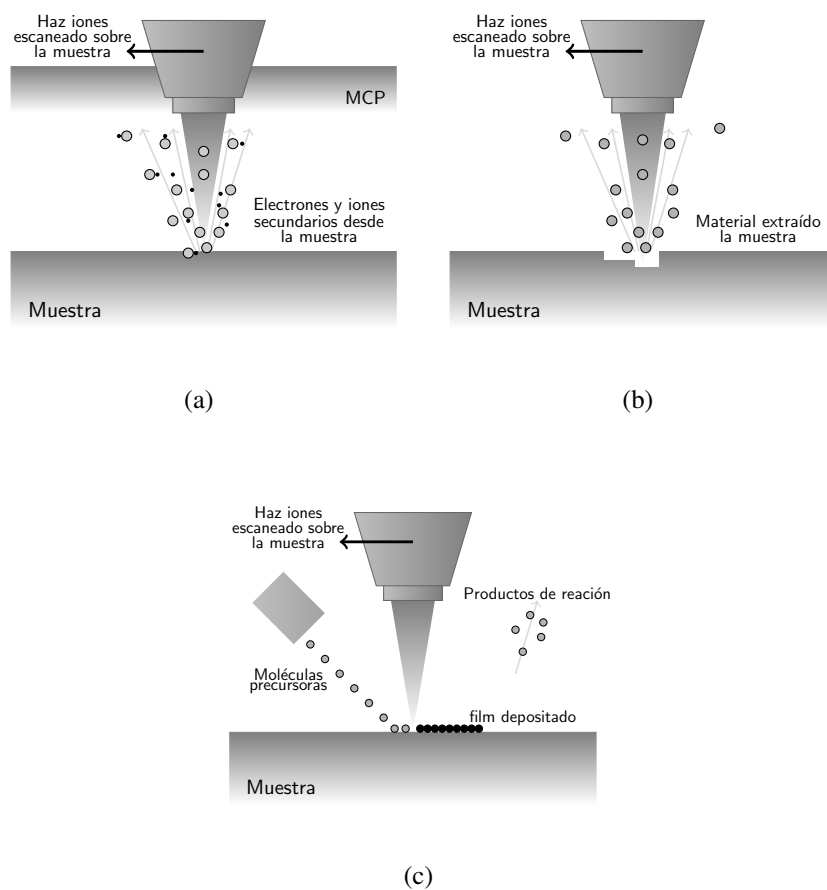
El haz de iones es generado desde una fuente de metal líquido (LMIS) aplicando un campo eléctrico intenso, con valores típicos de voltaje de extracción es 7 keV. La energía del haz de iones acelerados es típicamente entre 10 y 50 keV, con corriente de haz variando entre 1 pA y 20 nA. Dependiendo de las corrientes y los voltajes de aceleración utilizados los iones interactúan de manera diferente con la muestra [90], lo que nos permite usar el FIB no solo para realizar cortes, sino también producir imágenes de alta resolución (menor de 10 nm mínimo tamaño de *spot size*) y depósitos metálicos (vía *chemical vapour deposition* CVD) como se muestra esquemáticamente en la figura 5.4.

Para acceder a la técnica FIB usamos en primer lugar un sistema de multi-usuarios del *Center for Nanoscale Material, Argonne National Laboratory* Chicago USA donde realizamos los cortes de las muestras. Una segunda etapa de cortes fue realizada en el Centro de Investigación y Desarrollo en Micro y Nano Electrónica INTI Bs As Argentina para obtener las secciones transversales de los sensores <sup>1</sup>.

---

<sup>1</sup> Cortes realizados con la ayuda de D. López y J. Il Woong en CNN y G. Giménez en INTI.





**Figura 5.4:** Funciones del FIB: (a) Obtención de imágenes (imaging) (b) Comido de material (milling) y (c) Depósito de un film metálico (deposition). En el modo de imágenes, MCP indica “multichanel plate”, usado para coleccionar los iones y electrones secundarios. En este modo los efectos de comido son minimizados usando bajas corrientes.

### 5.3 Fabricación de los discos maclados de YBCO

Debido a que el desorden juega un papel crítico en el diagrama de fases del sistema de vórtices es muy importante contar con muestras monocristalinas de alta pureza y homogeneidad, con defectos bien caracterizados. Distintos cristales de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (YBCO) con distintas orientaciones de maclas y con dimensiones aproximadas de  $400 \times 400 \times 7 \mu\text{m}^3$ , fueron seleccionados para ser utilizados en esta tesis. Los cristales fueron crecidos en el laboratorio de Bajas Temperaturas por G. Nieva y colaboradores usando la técnica de crecimiento de flujo desde una mezcla de composición nominal de  $\text{YBa}_9\text{Cu}_{24}\text{O}_x$  en bandejas de  $\text{ZrO}_2$ . Los detalles de los tratamientos térmicos son descriptos en la Ref.[91]. Estos cristales fueron caracterizados usando el magnetómetro SQUID y se encontraron temperaturas críticas  $T_c$  entre 92 y 93.5 K.

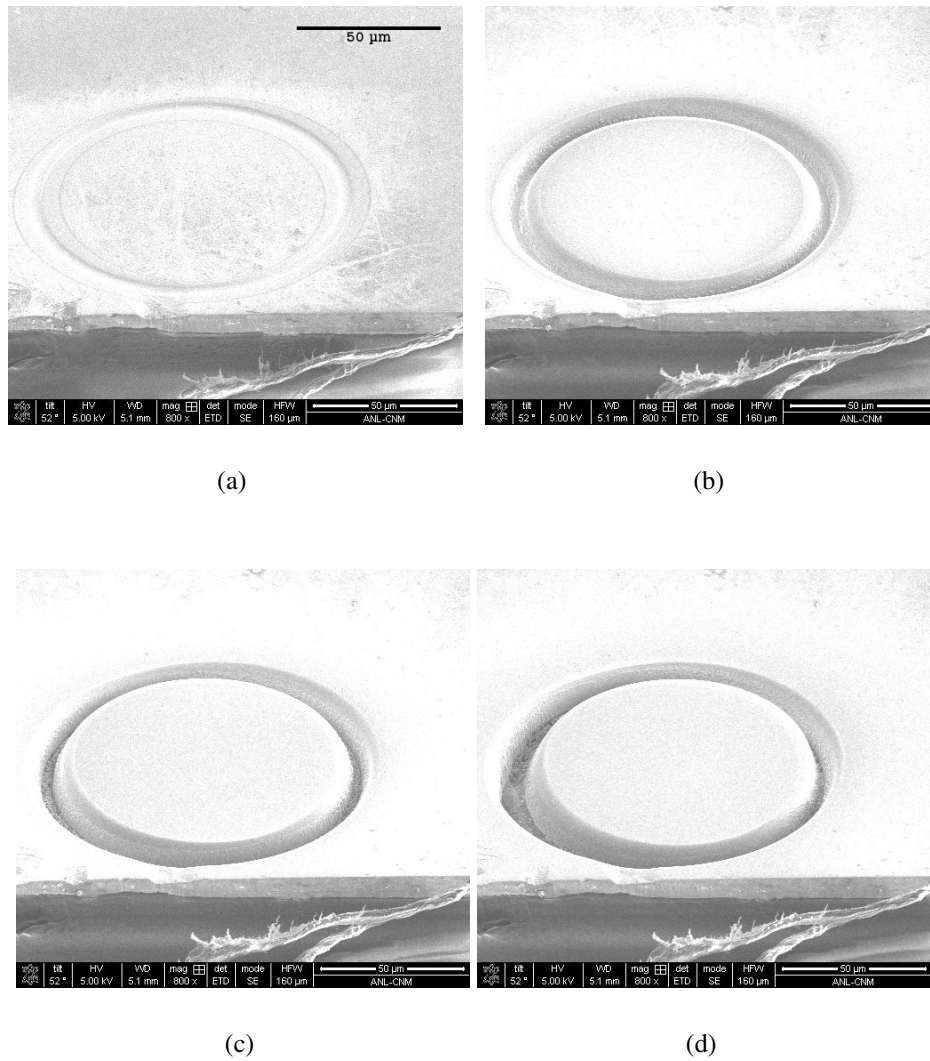
Para realizar los cortes utilizamos el sistema de doble haz SEM/FIB FEI Nova 600 NanoLab. El proceso de fabricación comienza con el pegado del monocristal de YBCO seleccionado en un portamuestra (*stubs*) mediante una cinta doble faz conductora [92]. El portamuestras múltiple del FIB permite, al igual que el SEM, cargar varios portamuestras con el fin de realizar varios cortes y preservar el vacío de la cámara de trabajo (del orden  $10^{-7}$  mbar en condiciones normales de operación).

La fabricación de muestras de distintas geometrías es realizado transfiriendo distintos diseños mediante el *software* de control del equipo. Para obtener muestras en forma de discos de distintos tamaños utilizamos un patrón en forma de corona circular de diámetro externo  $d_e$  e interno  $d_i$ . El área de la corona  $(\pi/4)(d_e^2 - d_i^2)$  será removida por el haz de iones de Ga, determinando un disco de diámetro  $d_i$  y donde elegimos un ancho de corte de  $d_e - d_i \approx 4 \mu\text{m}$ . La figura 5.5 muestra una secuencia de la elaboración de un disco de  $100 \mu\text{m}$  de diámetro con una corriente típica de 21 nA y una velocidad de comido del orden de  $1 \mu\text{m}/\text{min}$ . Esto implica un tiempo aproximado de 10 min para realizar el corte a través del espesor del monocristal.

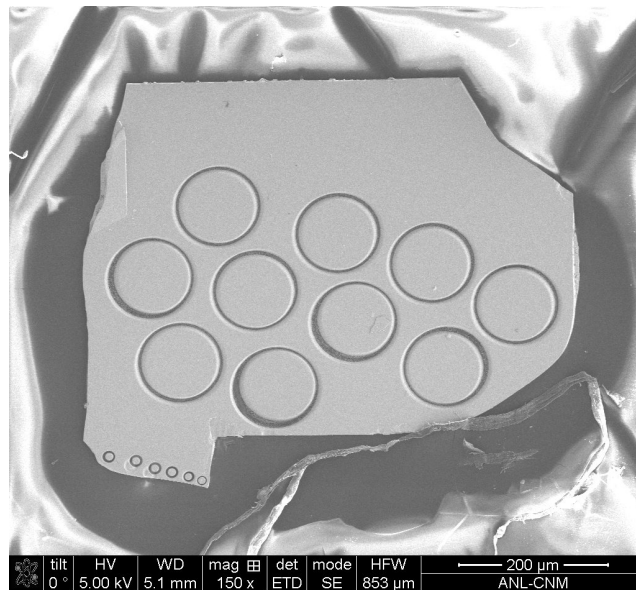
El FIB permite la realización de cortes en simultáneo en distintas regiones de la muestra. Sin embargo, esto resulta útil sólo cuando se han determinado los parámetros óptimos para la realización de los cortes. Esto último depende del diámetro del disco y del espesor del monocristal. La figura 5.6 obtenida por SEM, muestra un monocristal de YBCO después del proceso de fabricación de varios de discos con diámetros de 100 y  $10 \mu\text{m}$ .

Para los discos de menor diámetro usamos en primer lugar corrientes menores, del orden de 6.7 nA. Sin embargo debido a que inevitablemente pequeñas cantidades de  $\text{Ga}^+$  son implantadas en la muestra y un gran número de electrones secundarios dejan la muestra, la superficies se cargan positivamente desviando el haz durante el proceso de corte. Este efecto indeseado puede minimizarse utilizando un recubrimiento metálico y una conexión a tierra o bien disminuyendo la corriente de corte lo que produce un aumento del tiempo requerido para fabricar el disco. En la figura 5.7 se muestra la fabricación de tres discos de  $10 \mu\text{m}$  con corrientes de 6.7 nA, 5 nA y 2.8 nA respectivamente. Puede observarse que al reducir la corriente el efecto es reducido.

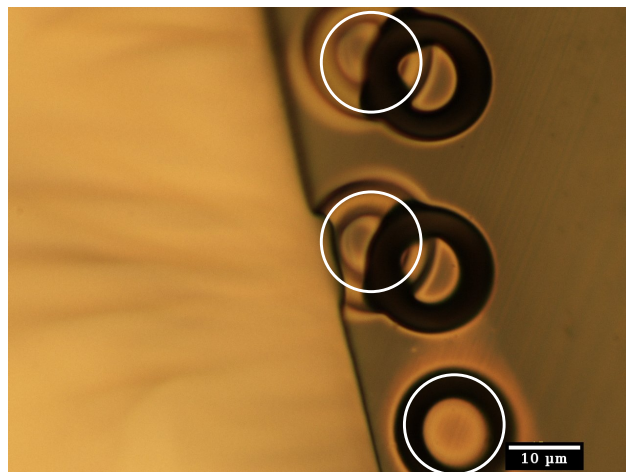
En resumen, hemos dado las características principales de la técnica FIB para la obtención de muestras de dimensiones mesoscópicas a partir de monocristales de



**Figura 5.5:** Secuencia (a)-(d) de fabricación de un disco de YBCO de 100  $\mu\text{m}$  de diámetro y 7  $\mu\text{m}$  de espesor usando la técnica de FIB. Para el corte utilizamos una corriente de 21 nA y una velocidad de comido de 1  $\mu\text{m}/\text{min}$ .



**Figura 5.6:** Imagen SEM de la muestra macroscópica maclada de YBCO, donde se han practicado corte de discos de 100 y 10  $\mu\text{m}$  usando FIB. Los discos se encuentran separados del monocristal pero pegados en la cinta al portamuestra.



**Figura 5.7:** Efecto de la carga electrostática en la fabricación de discos de 10  $\mu\text{m}$  de diámetro. El círculo blanco indica la posición inicial fijada antes del corte. La generación de cargas desvía visiblemente el haz realizando cortes irregulares. En la fabricación del disco inferior la corriente del haz fue disminuida reduciendo notablemente el efecto de la carga.

YBCO. Vimos que corrientes del haz de iones del orden de 20 nA resultan adecuadas para la fabricación de discos de mayor diámetro, mientras que es necesario reducir la corriente en un orden de magnitud para discos con diámetros más pequeños.

### 5.3.1 Recuperación y manipulación de los discos

Liberar los discos de la cinta sobre la cual pegamos el monocristal, presentó ciertas dificultades. Una manera eficiente de hacerlo es sacar con cuidado el monocristal más los discos conservando parte de la cinta doble faz conductora del portamuestra. Luego se los colocó en el centro de una placa de Petri recubierta por un papel blanco que nos sirva de contraste. Después de diversos intentos observamos que la cinta doble faz usada pierde temporalmente su poder adhesivo sobre la muestra cuando ponemos una gota de acetona. Con la ayuda del micromanipulador, usamos micro-pipetas para extraer la muestra que rodea a los discos y posteriormente los despegamos individualmente. Para esto, colocamos la acetona y desplazando suavemente los discos con la pipeta hasta que es completamente liberado de la cinta. Una vez que el disco es liberado podemos usar otra pipeta para manipularlo por estática y colocarlo sobre la paleta del micro-magnetómetro o sobre otro portamuestra.

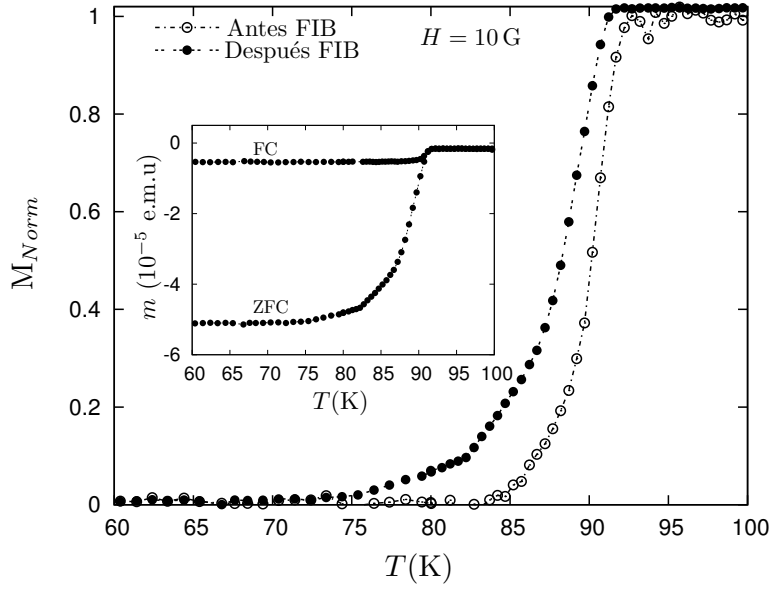
En la siguiente sección, nos centramos en la caracterización de uno de los discos fabricados. Debido a sus tamaños mesoscópicos, las muestras producen señales muy pequeñas para ser detectadas por los magnetómetros convencionales. Esto último fundamenta el uso de los micro-osciladores torsionales de Si como magnetómetros. Sin embargo, podemos hacer una caracterización a campos bajos usando la técnica de decoración magnética, que adicionalmente nos permita visualizar el anclaje debido a los defectos correlacionados.

## 5.4 Caracterización de las muestras

La técnica de FIB en general no produce cambios significativos en las muestras fabricadas. Sin embargo han sido reportados cambios debidos a la implantación<sup>2</sup> de iones de Ga por altas dosis de exposición (o *fluency* en iones/cm<sup>2</sup>) y/o sobre-calentamiento en muestra superconductoras [93]. El calentamiento excesivo de la muestra puede modificar el contenido de oxígeno,  $\delta$ , y en cristales de YBCO una deficiencia de 10 % de oxígeno es suficiente para destruir enteramente la superconductividad [20]. Sin embargo, este efecto es reversible realizando un recocido de las muestras a 450°C en una atmósfera de oxígeno puro. Por lo tanto resulta importante que podamos caracterizar las muestras obtenidas para verificar si sus propiedades superconductoras no han sido modificadas.

Con el fin de comparar la respuesta magnética del monocristal de YBCO antes y después de ser sometido al proceso de corte, separamos con cuidado del portamuestra el monocristal junto los discos (tal como mostrábamos en la figura 5.6) conservando parte de la cinta doble faz conductora (sin señal magnética) que los mantiene unidos. Realizamos medidas FC-ZFC utilizando el magnetómetro SQUID. La figura 5.8

<sup>2</sup> La profundidad de la región implantada en general dependerá de la energía del ion y del ángulo de incidencia.



**Figura 5.8:** Magnetización normalizada en función de la temperatura para el monocristal antes y después del proceso de corte realizado por FIB. Inset: Medidas FC-ZFC para la muestra después de realizados los cortes con una  $T_c$  cercana a 90 K.

compara la magnetización normalizada en función de la temperatura para el mismo monocristal antes y después de la fabricación de los discos. Las muestras no presentan una variación significativa después de realizados los cortes y se puede observar una temperatura crítica  $T_c$  cercana a 90 K.

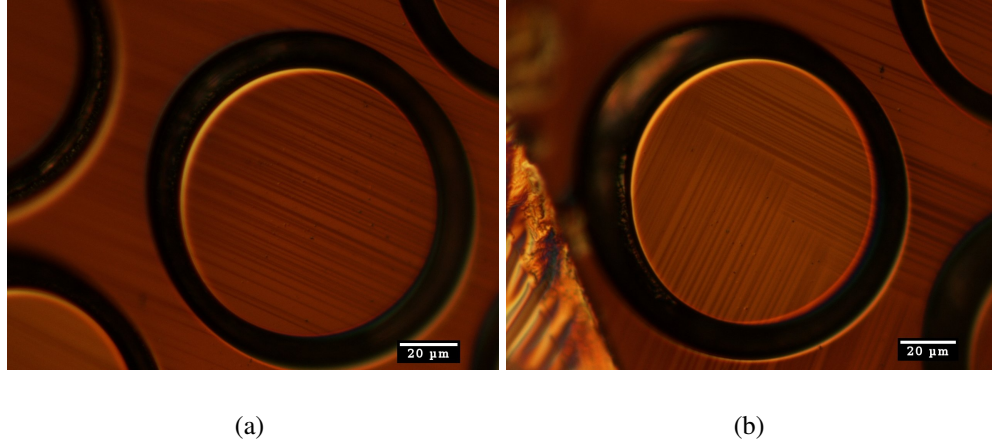
#### 5.4.1 Decoración Magnética de Bitter

La observación de redes de líneas de flujo usando la técnica de patrones de Bitter [94] de alta resolución provee un método eficaz para investigar la respuesta microscópica de los sistemas de vórtices [95] a las fuerzas que actúan debido tanto a las interacciones vórtice-vórtice como también a las interacciones con centros de anclaje.

Diversos trabajos han sido realizados usando esta técnica en muestras superconductoras con defectos correlacionados. Para el caso de muestras con maclas [96, 97, 98], los trabajos confirman el anclaje debido a estos defectos y la ruptura de la simetría hexagonal. Además, experimentos de decoración magnética realizados por Herbsommer *et al.* [99] donde se estudiaron los cambios en el anclaje de las maclas cuando el campo magnético es rotado un cierto ángulo con respecto al eje  $\hat{c}$  de la muestra, han demostrado que para pequeñas desalineaciones del campo los vórtices permanecen localizados en los defectos mientras que para grandes ángulos los vórtices siguen la dirección del campo aplicado. Muestras irradiadas con iones pesados, presentan estados de vórtices altamente desordenados debido al anclaje de los vórtices en estos defectos columnares [100]. A continuación, mostraremos

los resultados de las decoraciones magnéticas realizadas en los discos de YBCO con maclas.

Discos con distintas familias de maclas son mostrados en la figura 5.9. Estas fotos fueron obtenidas usando el microscópico óptico con luz polarizada. Para los experimentos de decoración tomamos muestras con una sola familia de maclas. Preparamos un portamuestra de decoración con una fina película de epotek y con la ayuda de una pipeta colocamos el disco de YBCO de  $100\ \mu\text{m}$  sobre el portamuestra.

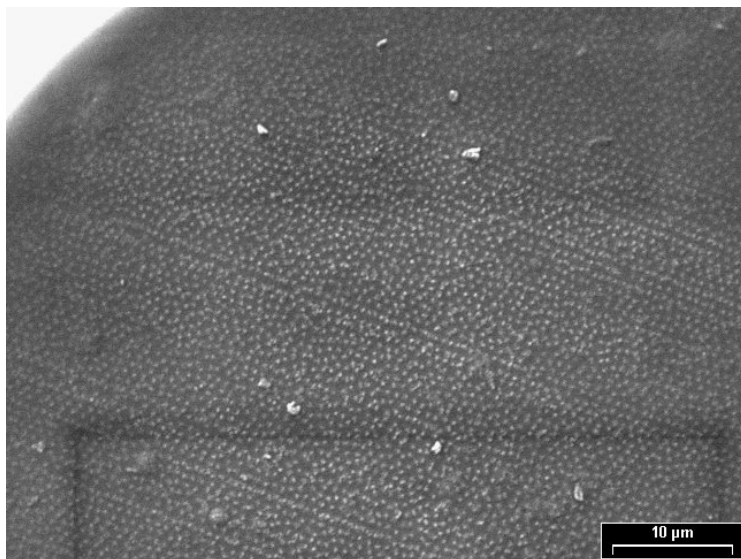


**Figura 5.9:** Imágenes de microscopio óptico de discos de  $100\ \mu\text{m}$  (a) con una familia simple de maclas y (b) con dos familias de maclas ortogonales.

La técnica consiste en el depósito de pequeñas partículas de un material magnético (por ejemplo Fe) que son atraídas a la superficie de la muestra por el gradiente del campo. Este gradiente es mayor en las inmediaciones de los vórtices. Estas partículas quedan adheridas a la superficie gracias a las fuerzas de *Van der Waals*, lo que permite llevar la muestra a temperatura ambiente sin perder el patrón que se formó a bajas temperaturas.

Para nuestro experimento realizamos un enfriamiento con campo (FC). Se coloca un campo magnético (de 36 Oe) en la dirección del eje  $\hat{c}$  a temperaturas mayores a la temperatura crítica  $T_c \approx 92\ \text{K}$ , para luego bajar la temperatura del sistema a 4.2 K (temperaturas del He líquido) donde se realiza la decoración. Esta consiste en evaporar hierro sobre la muestra manteniendo una presión constante de He del orden de 200 mTorr. La evaporación se realiza calentando un filamento de tungsteno en forma de V con enrollamiento de hierro en el punto medio, hasta temperaturas mayores a la fusión del hierro  $T \approx 1800\ \text{K}$ . A la presión de decoración (presión de He gas) del orden de 200 mTorr, el camino libre medio de las partículas de hierro es del orden de los  $200\ \text{\AA}$  [101]. En el proceso de difusión estas partículas colisionan y termalizan a la temperatura del gas He. Estas colisiones producen cúmulos esféricos de hierro que cuando se encuentra a unos micrones de distancia son atraídos a las posiciones de los vórtices mediante una fuerza magnética  $\vec{F} = \nabla [\vec{m} \cdot h(\vec{r})]$ , donde  $h(\vec{r})$  es el campo local en la dirección de vórtices a una distancia  $\vec{r}$  del centro del vórtices y  $\vec{m}$  el momento magnético de los cúmulos de hierro nanométricos. La técnica de decoración está limitada a bajos campos ( $< 0.01\ \text{T}$ ), ya que al aumentar el

campo los vórtices se acercan y el gradiente de campo en la cercanía de la superficie disminuye y con esto la fuerza sobre las partículas. Más detalles de la técnica pueden ser encontrados en las referencias [102, 103].



**Figura 5.10:** Patrón de decoración típico obtenido para un disco maclado correspondiente a un experimento de FC con el campo de 36 Oe en la dirección del eje  $\hat{c}$  y a una presión de decoración de 200 mTorr. Las maclas en la imagen se muestran inclinadas respecto a la dirección horizontal.

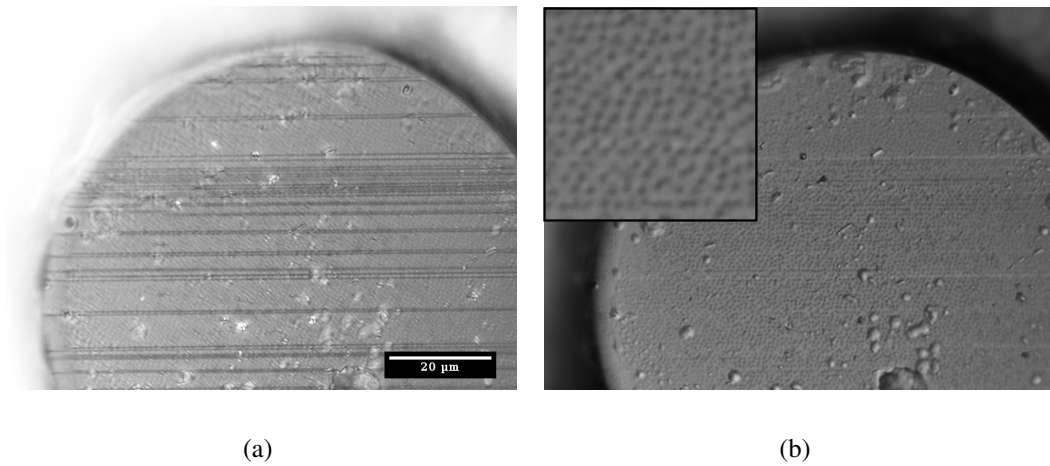
La figura 5.10 muestra la decoración magnética <sup>3</sup> sobre el plano  $ab$  de uno de los discos fabricado mediante FIB de 100  $\mu\text{m}$  de diámetro y 7  $\mu\text{m}$  de espesor con una familia de maclas. Cada macla actúa como un pozo de potencial en la forma de un canal de vórtices anclados (visible como una cadena de vórtices en la dirección inclinada respecto a la horizontal). El parámetro de red a lo largo de cada canal es diferente y característico en cada macla, y la simetría hexagonal está rota. También, ya que la coordenada transversal a la dirección de la macla es aleatoria, la estructura es desordenada en la dirección transversal. No hay orden de largo alcance ni a lo largo de la dirección lateral ni en la transversal, pero hay un fuerte orden orientacional a lo largo de la dirección lateral.

La distancia entre vórtices para el campo magnético de 36 Oe, calculada a partir de  $a_0 \approx \sqrt{\Phi_0/B}$  es del orden de 0.8  $\mu\text{m}$  lo que permite resolver la estructura no solo mediante imágenes SEM sino también usando el microscopio óptico con su máxima magnificación ( $\times 1000$ ). Esto último resulta importante para analizar los discos maclados ya que podemos usar luz polarizada para determinar las posiciones de las maclas y comparar en forma cualitativa estas posiciones respecto a la de los vórtices decorados. Estas imágenes son mostrada en la figura 5.11.

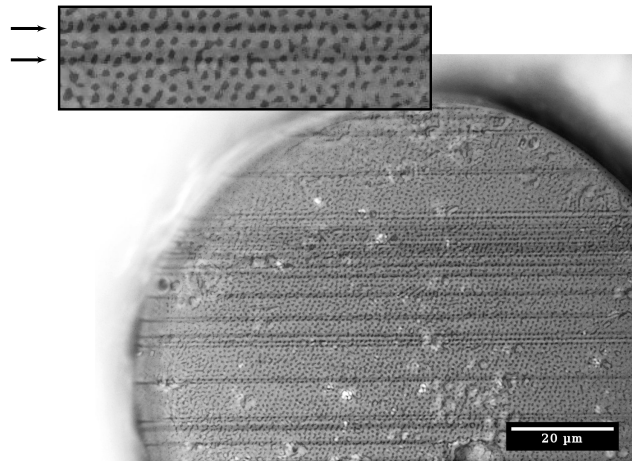
Finalmente figura 5.12 muestra la superposición de dos imágenes, donde puede verse que efectivamente una gran cantidad de vórtices se encuentran sobre la maclas. Para facilitar la visualización de los vórtices y previo a la superposición de las

<sup>3</sup>Las decoraciones fueron realizadas en colaboración con R. Bolecek y Y. Fasano.





**Figura 5.11:** Fotografías tomadas con el microscopio óptico con (a) luz polarizada donde se observan las maclas y (b) sin luz polarizada donde se pueden resolver los vórtices. Inset: Ampliación de una región del disco donde puede apreciarse el detalle de la decoración magnética.



**Figura 5.12:** Superposición de micrografías ópticas obtenidas con y sin polarizador, donde puede observarse los vórtices sobre las maclas. Inset: Ampliación de una región que posee dos maclas (indicadas con flechas) donde se observan la vórtices alineados.

imágenes, hemos aplicado un filtro de detección de bordes sobre la figura 5.11b usando un software de tratamiento de imágenes.

Con las caracterizaciones realizadas en este capítulo, primero mediante SQUID y posteriormente usando la técnica de decoración magnética comprobamos que las muestras no son afectadas por el proceso de fabricación y que las maclas constituyen fuertes potenciales de anclaje.

## 5.5 Conclusiones

En este capítulo describimos las características generales de la técnica de *focused ion beam* (FIB) que nos sirvió para obtener discos de YBCO con distintos diámetros partiendo de un muestra monocristalina. Los discos fueron caracterizados usando la técnica de decoración magnética mostrando el anclaje eficiente de las maclas.

En este punto, contamos con los micro-magnetómetros torsionales Si fabricados y caracterizados; y con las muestras con defectos correlacionados adecuadas al tamaño de los sensores y del experimento. En el siguiente capítulo daremos las consideraciones finales tenidas en cuenta en el setup experimental para la realización de las medidas de magnetización en presencia de campo y bajas temperaturas.

# Setup Experimental para las medidas de magnetización

En este capítulo describiremos brevemente las consideraciones que tendremos en cuenta para realizar las medidas de magnetización en presencia de campo magnético y a bajas temperaturas. En primer lugar describiremos los procedimientos utilizados para el montaje del sistema compuesto por el micro-magnetómetro y el disco superconductor en el portamuestra del crióstato, en una extensión a lo presentado en capítulos anteriores.

Haremos algunas consideraciones adicionales referidas a las medidas de capacidad, para lo cual describiremos una configuración que nos permite determinar la capacidad eléctrica individual de cada capacitor paleta-electrodo para una temperatura dada. Las medidas donde controlamos temperatura, ángulo y campo magnético fueron realizadas en un crióstato OXFORD Int. que cuenta con un imán con un campo magnético máximo de 18 T para realizar las mediciones de forma casi automática. Describiremos brevemente alguna de sus características.

## 6.1 Preparación del micro-magnetómetro para el montaje en el crióstato

Un punto importante para la realización de las medidas de magnetización de alta sensibilidad es lograr que el sistema formado por el micro-magnetómetro más la muestra superconductora sea obtenido extremando los cuidados de manipulación de los MEMS y montaje de la muestra. Estos aspectos incluyen extrema limpieza en el proceso de *release*-secado, precisión en la realización de los contactos eléctricos y cuidados en cuanto a cargas estáticas que pueden pegar el sensor. En cuanto a la muestra, el disco debe ser montado con las características que el experimento requiere. En nuestro caso y para obtener la mayor señal de magnetización, los discos con una simple familia de maclas son montados de forma tal que la normal al plano de las maclas se encuentre perpendicular al eje de rotación del micro-oscilador. Completando lo expuesto en capítulos anteriores cuando abordamos por separado la preparación de los sensores y la manipulación de discos superconductores, los pasos para realizar el montaje en el crióstato son:

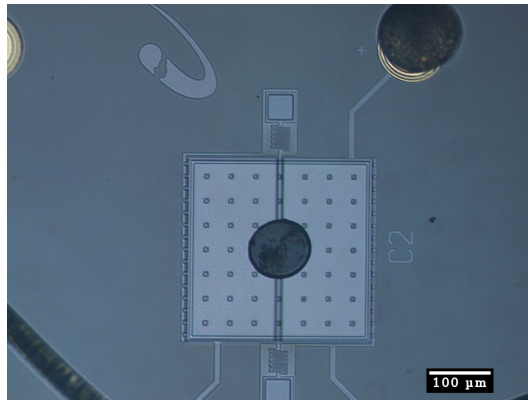
- *Liberado de MEMS*: El proceso comienza con el *release* y secado de los micro-osciladores teniendo en cuenta las consideraciones realizadas en el Capítulo 3

cuando expusimos los aspectos más importantes del post-procesamiento.

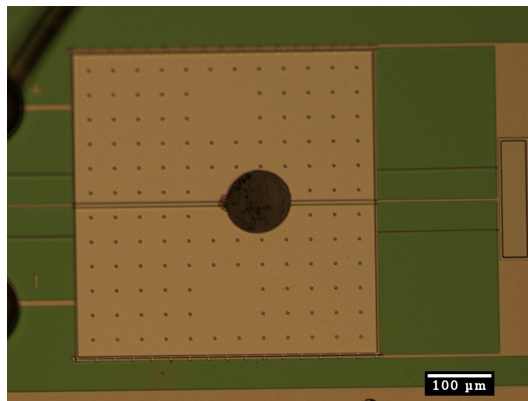
- *Preparación del zafiro*: En un zafiro de  $5 \times 10$  ó  $10 \times 10 \text{ mm}^2$ , cintas de oro de  $0.5 \times 3 \text{ mm}$  son pegadas usando epotek y curadas a  $150^\circ\text{C}$  durante media hora. Estas cintas serán usadas como *pads* macroscópicos donde realizaremos conexiones eléctricas.
- *Contactos macroscópicos*: Usando una gota de epotek, pegamos hilos de cobre de 1 cm de largo a las cintas y curamos el pegamento. Para evitar que las tensiones en el cable de cobre debidas a la manipulación, levanten la cinta de oro, ponemos una pequeña gota del adhesivo instantáneo cianoacrilato (marca comercial: la gotita) al lado del contacto realizado con epotek. Estos contactos macroscópicos serán posteriormente soldados al portamuestras rotante del crióstato.
- *Pads en corto*: Usando el sodador *Wire Bonding* HYBOND Model 522A con un hilo de oro de  $50 \mu\text{m}$ , soldamos las cintas entre sí por los extremos. Estos conexiones mantienen a un mismo potencial las partes del MEMS cuando sean soldadas, para evitar que se peguen por cargas estáticas. Una vez que los contactos macroscópicos sean soldados al portamuestras del crióstato, las conexiones que cortocircuitan las cintas son removidas con un pinza de laboratorio.
- *Contactos microscópicos*: nuevamente mediante el *Wire Bonder* soldamos el contacto correspondiente a la paleta y cada electrodo con las cintas de oro. Para esto utilizamos hilos de oro de 25-50 micrones utilizando un capilar cerámico.
- *Micro-gota de Apiezón © N*: Usando un micromanipulador hidráulico y una micro-pipeta colocamos una micro-gota de Apiezón N, en el sector de la paleta del oscilador previstos para el disco superconductor, que son sectores de la paleta sin *etching holes*.
- *Montaje del disco*: Usamos el micromanipulador con la adición de un filtro polarizador en uno de los objetivos del sistema óptico que nos permita visualizar las orientaciones de las maclas en el disco de YBCO. Con una micro-pipeta y por estática tomamos un disco de  $100 \mu\text{m}$  y lo colocamos sobre la micro-gota de Apiezón N puesta sobre la paleta, sin presionar demasiado, ya que la paleta esta liberada y la presión puede romper los resortes.

La figura 6.1 muestra ejemplos de discos superconductores de  $100 \mu\text{m}$  y  $7 \mu\text{m}$  de espesor montados sobre la paleta de distintos sensores. El montaje es realizado sobre un diseño (C2) con serpentinas como resorte y para un diseño (B5) de dos barras torsionales.

Una de las complicaciones que suelen presentarse en el montaje de la muestra, aparece cuando intentamos colocar los discos con la normal del plano de las maclas perpendicular al eje de rotación del sensor. Cuando el disco se pega por estática a la punta de la micro-pipeta suele hacerlo de una forma repentina y aleatoria; y



(a)



(b)

**Figura 6.1:** Montaje de un disco superconductor en (a) diseño con paleta de  $300 \times 300 \mu\text{m}^2$  y serpentinas como resortes y (b) diseño con una paleta de  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$  con dos barras torsionales de  $200 \mu\text{m}$  como resorte. El disco de YBCO sobre la paleta tiene un diámetro de  $100 \mu\text{m}$  y  $7 \mu\text{m}$  de espesor.

no siempre nos permite visualizar como están orientadas las maclas. El uso de micro-pipetas con puntas gruesas permite un mayor control del disco mesoscópico. En general logramos montar muestras macladas con ángulos entre 70 a 85° respecto del eje de rotación.

## 6.2 Crióstato

Al finalizar el Capítulo 2, introducimos los antecedentes experimentales relacionados a la transición de fase de Bose-glass. Entre éstos destacamos las medidas de transporte realizadas en nuestro laboratorio en primer lugar por Grigera *et al.* [44] y posteriormente por Maierov *et al.* [45]. Si bien nuestras medidas tienen como objetivo estudiar el carácter termodinámico de la transición de segundo orden, tenemos la posibilidad de reproducir las condiciones experimentales de campo magnético, temperatura y ángulo sobre muestras superconductoras macladas muy similares a las usadas en las medidas llevadas a cabo por Maierov *et al.* Finalmente podremos contrastar nuestros resultados con estas medidas. A continuación, trataremos brevemente las características principales del crióstato usado.

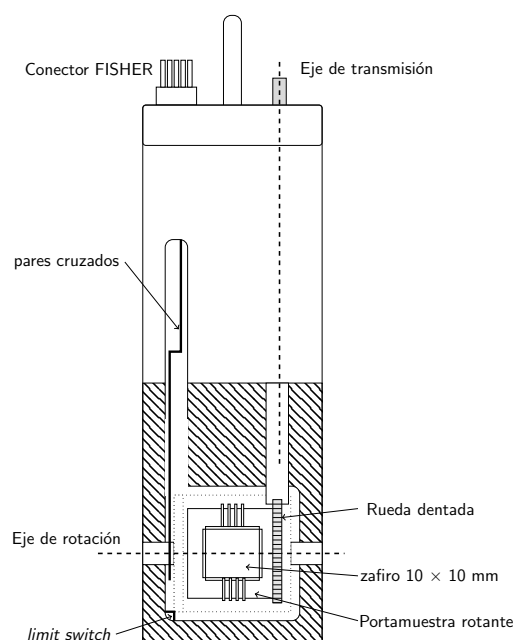
Para realizar las medidas de magnetización controlando el campo, la temperatura y el ángulo de inclinación del campo respecto al eje  $\hat{c}$  de la muestra, utilizamos un crióstato *OXFORD Instrument* [104]. El crióstato está formado por dos termos, uno para helio y otro para nitrógeno. Dentro del termo con He se encuentra el imán superconductor y el VTI (*Variable Temperature Insert*) lugar donde se colocará la muestra que será estudiada. El imán superconductor, hecho de una aleación de  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  con una temperatura crítica  $T_c = 18$  K, posee una zona de trabajo de  $\approx 1 \text{ cm}^3$ <sup>1</sup> donde está garantizada la homogeneidad del campo con una precisión de  $10^{-4}$ . El campo máximo al que se puede acceder es de 18 T. Esto puede lograrse con una corriente de 118 A provenientes de una fuente de corriente de  $\pm 120$  A y  $\pm 10$  V. Para operar con campos magnéticos de 1 a 16 T el imán debe estar a una temperatura de 4 K, mientras que para alcanzar el campo máximo de 18 T es necesario disminuir la temperatura a 2.2 K. Para esto el equipo cuenta con una serpentina usada para bombear He, a través de una válvula de aguja, llamada *lambda point refrigerator*.

Para controlar la temperatura de la muestra, el equipo cuenta con un sistema de flujo de He, VTI. El He entra por una válvula de aguja regulable situada en su parte inferior impulsado por una diferencia de presión. Junto a la válvula de aguja hay un calefactor eléctrico que permitirá, mediante un controlador PID, regular con más precisión la temperatura de la muestra. A mayor apertura de la válvula tendrá que ser mayor la potencia aplicada, pero también será mayor el flujo de He gaseoso. Como la muestra no se encuentra en contacto térmico directo, sino a través del He gaseoso, un mayor flujo significa un mejor y más rápido seguimiento de la temperatura de la muestra a la temperatura del termómetro. Los tiempos característicos de estabilización dependen de la temperatura siendo menores a medida que la temperatura decrece. El error inducido en la lectura de la temperatura debido

<sup>1</sup> Discutiremos sobre este valor y el efecto de la inhomogeneidad del campo en nuestras medidas en el Apéndice B.

al campo <sup>2</sup> es del orden de 0.1 K y es constante en temperatura para un mismo campo en los rangos en los que hemos trabajado 70-100 K y 1-7 T.

Para controlar el ángulo el crióstato cuenta con un portamuestra rotante con las características que se muestran esquemáticamente en la figura 6.2. El zafiro que contiene los sensores con muestras superconductoras, tal como lo presentamos el sección anterior, es pegado usando Apiezon © N sobre el zafiro de 10 mm × 10 mm del portamuestra rotante. Este portamuestra tiene incorporado un termómetro Cernok calibrado a campo cero lo que asegura una lectura correcta de la temperatura de la muestra. Los cables macroscópicos correspondientes a la paleta y los electrodos del sensor son soldados a los contactos que posee el rotador. Finalmente, a través del conector FISHER tendremos acceso a las conexiones correspondientes al sensor y al termómetro del portamuestra.



**Figura 6.2:** Esquema del portamuestras rotante utilizado para las medidas de magnetización. La rotación se produce mediante el eje de transmisión a través de un motor paso a paso. A través del conector FISHER llevamos al exterior las conexiones del termómetro de la muestra y los contactos eléctricos correspondientes a la paleta y los electrodos del micro-magnetómetro.

El rango de rotación del portamuestras es de 360° con una sensibilidad absoluta de 0.05° [45, 104]. El mecanismo de rotación está compuesto de dos partes, una rueda dentada asociada a la parte rotante del portamuestra y una varilla terminada en un tornillo sin fin, que transmite el movimiento al rotador. La rotación de esta varilla es a través de un motor paso a paso, en el exterior del equipo, controlado electrónicamente. El rotador posee un sistema seguridad para no sobrepasar los 360°, *limit switch*. Al abrirse el circuito se corta la alimentación del motor.

<sup>2</sup>variación debida a la magnetoresistencia del termómetro.

### 6.2.1 Protocolos de medición

Las mediciones de magnetización de los discos de YBCO con defectos correlacionados son realizadas para distintas orientación fijas de la muestra (ángulos  $\theta_H$  fijos). En experimentos en los cuales la muestra superconductora es rotada en un campo magnético aplicado, corrientes de apantallamiento y momentos magnéticos irreversibles son inducidos y pueden fácilmente llevar a una interpretación errónea de las medidas [7].

Para las medidas realizadas seguimos los siguientes protocolos de medición:

1. En ZFC se enfría la muestra desde temperaturas mayores a la crítica, sin campo magnético aplicado. Cuando la temperatura es menor que  $T_c$  se aplica campo y se obtienen los datos subiendo temperatura.

El estado inicial es con  $B=0$ . Al aplicar campo éste intenta penetrar desde la periferia de la muestra generando un perfil de flujo magnético no homogéneo, debido al anclaje de los vórtices. Para  $\theta_H < \theta_c$  y  $T < T_{BG}$  el sistema de vórtices se encontrará completamente localizado en los defectos correlacionados apantallando la componente perpendicular del campo aplicado. Al aumentar la temperatura la corriente crítica disminuye, permitiendo una mayor penetración del campo, hasta llegar a una penetración total de flujo.

2. En FC se aplica  $H_0$  por encima de  $T_c$  y se mide bajando la temperatura. Inicialmente los vórtices ocupan totalmente el interior del material, el campo magnético es constante y por lo tanto las corrientes son nulas.

Al disminuir la temperatura aumenta el valor absoluto de la magnetización de equilibrio y la corriente crítica. Para  $\theta_H < \theta_c$  y  $T < T_{BG}$  al igual que para el protocolo de ZFC, el sistema vórtices se encontrará completamente localizado en los defectos correlacionados expulsando la componente perpendicular del campo aplicado.

Para ángulos  $\theta_H > \theta_c$  los experimentos FC y ZFC son diferentes a partir de la temperatura de fusión del cristal de vórtices ya que en este régimen angular la transición es de primer orden y el estado Meissner transversal no existe.

También hemos realizado medidas de magnetización calentando con campo (*field cooling warming* - FCW) hasta llegar al estado inicial por encima de  $T_c$ .

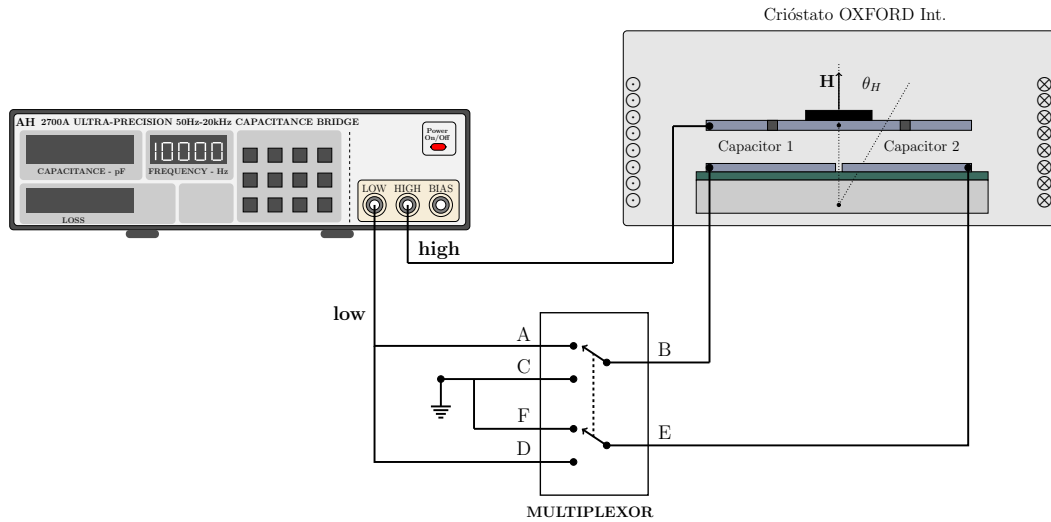
## 6.3 Configuración capacitiva

En el Capítulo 4, describimos brevemente el puente de capacidades de alta precisión AH2700A y mostramos algunas medidas enfocadas en la caracterización capacitiva de los micro- osciladores, lo que nos permitió determinar la inclinación  $\alpha$  de la paleta debido al torque externo producido por un voltaje aplicado. En general las medidas de capacidad presentan variaciones temporales (*drift*) intrínsecas que pueden estabilizarse con medidas sucesivas, por lo que las medidas de cambio en capacidad suelen aparecer sobre un fondo que puede dificultar el análisis de los datos. Una alternativa que presenta nuestro diseño con dos electrodos para solucionar este



problema, es realizar las medidas de capacidad en una configuración que nos permita monitorear el comportamiento de cada electrodo. Otra ventaja de esta configuración es que nos da la posibilidad de diferenciar la interacción de  $\hat{m}$  con  $\hat{H}$ . Si el sensor capacitivo responde a una fuerza producida por un gradiente del campo magnético las capacidades de ambos capacitores aumentarán, mientras que si el sensor responde a un torque magnético externo, uno de las capacidades aumenta y la otra disminuye.

Para la realización de las medidas en esta configuración utilizamos un mutiplexor programable SR 3830 [105]. Este dispositivo es de fácil implementación cuando queremos realizar distintas interconexiones y es completamente controlado por *software*. Posee seis conectores BNC flotados (A-F) que pueden ser usado como entradas o salidas y acoplados entre sí vía un puente (*bridge reed relay*) que nos permite acceder a una gran variedad de configuraciones. El setup experimental que utilizaremos para las medidas de capacidad, es representado esquemáticamente con sus conexiones en la figura 6.3. Podemos ver en la figura que el conector *high* del puente es directamente conectado a la paleta, mientras que las conexiones B y E del multiplexor pueden conectar a cada electrodo con el terminal *low* o con tierra. Esto genera dos configuraciones posibles tal como se muestra en la Tabla 6.1.



**Figura 6.3:** Setup experimental para las medidas de magnetización, donde se detallan las conexiones entre el puente AH2700A, el multiplexor y el micro-magnetómetro que nos permite realizar una medida individual de cada capacitor mientras variamos la temperatura. En el dibujo se han omitidos los dispositivos de control de  $T$ ,  $H$  y  $\theta_H$ .

	Paleta	Electrodo 1	Electrodo 2
Capacitor 1	high	low (B-A)	tierra (E-F)
Capacitor 2	high	tierra(B-C)	low (E-D)

**Tabla 6.1:** Conexiones utilizadas para medir cada capacitor paleta-electrodo. Entre paréntesis se especifican las conexiones que realiza el multiplexor en cada configuración.

Tomando como ejemplo una medida de FC, el procedimiento es el siguiente: En primer lugar fijamos la magnitud ( $H$ ) y dirección ( $\theta_H$ ) del campo magnético para  $T > T_c$ . A continuación fijamos el voltaje del generador y la frecuencia del puente para medir capacidades. El multiplexor selecciona el Capacitor 1 y medimos su capacidad. Luego el multiplexor cambia de configuración y medimos el Capacitor 2. Guardamos los datos de capacidad y temperatura. Disminuye la temperatura un  $\Delta T$  y se repite el proceso hasta llegar a la temperatura final establecida.

Para realizar las medidas desarrollamos programas en LabView [106] para controlar el voltaje y la frecuencia del generador del puente y para obtener las distintas interconexiones del multiplexor que nos permitirán llevar a cabo las medidas de capacidad en la configuración diferencial. El puente AH2700A es controlado a través de una tarjeta IEEE 488 mientras que el control del multiplexor es través de una conexión USB. El crióstato posee un software de control de instrumentos en LabView, controlados a través de puerto mediante una adaptación de la interfase RS232 que permite manejar varios instrumentos a la vez. Los equipos son, la fuente de corriente del imán superconductor IPS 120-10, el controlador de temperatura ITC 503, el controlador de la placa Lambda y el controlador de los motores paso a paso SMC1.

## 6.4 Conclusiones

En este punto podemos presentar las conclusiones generales referidas a las técnicas experimentales que hemos usado en esta tesis. En primer lugar fabricamos y caracterizamos los dispositivos MEMS que serán usados como micro-magnetómetros de alta sensibilidad. La implementación de un modelo de capacitor variable (en el ángulo de inclinación) nos permitirá interpretar los datos de magnetización y determinar su mayor rango de estabilidad cuando realizamos medidas de capacidad. Posteriormente ante la necesidad de trabajar con muestras de dimensiones mesoscópicas, utilizamos la técnica FIB para fabricar discos superconductores de YBCO de distintos diámetros. Los discos fueron caracterizados mediante decoraciones magnéticas de Bitter mostrando el anclaje de los vórtices en las maclas.

En este capítulo completamos las características del setup experimental para las medidas de magnetización. Dimos los detalles de la preparación de la muestra. Por un lado, describimos los aspectos más importantes del crióstato a la hora de realizar medidas que requieren el control de  $H$ ,  $T$  y  $\theta_H$ . Finalmente, implementando un configuración que incluye un multiplexor entre el puente AH2700A y el micro-oscilador mejoraremos la detección de cambios de capacidad (y con esto del ángulo de inclinación de la paleta) reduciendo efectos indeseados tales como los *drift* temporales.

PARTE IV

**Resultados**



## Evidencia Termodinámica de la transición del vidrio de Bose

Tal como fue introducido en el Capítulo 2, el diagrama de fases campo magnético-temperatura en los superconductores de alta temperatura crítica exhibe una gran variedad de fases y transiciones en comparación con los superconductores tradicionales. Características propias de estos materiales como la alta temperatura crítica, longitud de coherencia pequeña y su anisotropía confluyen para que las distintas energías relevantes del sistema sean comparables. Es por ello que nuevas fases en la estructura de vórtices han sido observadas experimentalmente y predichas teóricamente. Mayor complejidad en las fases de equilibrio y en la dinámica surge cuando defectos y desorden estático son tenidos en cuenta [19]. El tipo de defectos con el que interactúa el sistema de vórtices determina la naturaleza termodinámica de la transición sólido-líquido. Para defectos puntuales débiles y diluidos la transición es de primer orden entre un sólido cristalino y un líquido [26, 27], mientras que al aumentar la densidad de defectos el sólido cristalino deviene en un vidrio de vórtices que se transforma en un líquido a través de una transición de segundo orden [33, 107]. Por otra parte, defectos correlacionados en una dirección dan lugar a la existencia de otro sólido vidrioso denominado vidrio de Bose [35].

En una revisión de los antecedentes experimentales vimos que muchos experimentos han sido realizados en diferentes superconductores con defectos correlacionados con el fin de estudiar la transición del vidrio de Bose. Existen estudios en muestras con maclas de la transición resistiva con campos magnéticos altos orientados en la dirección de las maclas (del orden de Teslas) [25, 108]. Estos trabajos constituyen una evidencia fuerte de la existencia de una transición de segundo orden ya que muestran que las curvas características de respuesta voltaje-corriente podían ser colapsadas en dos curvas universales utilizando las reglas propuestas por Fisher y sus colaboradores [33] para el *vortex glass*. De las medidas de transporte se obtienen evidencias claras a través del escaleo de los datos de corriente-voltaje y la dependencia angular de la temperatura crítica. La presencia de un pico en temperatura de transición,  $T_{BG}(\theta_H)$ , y los cambios observados en la dinámica, llevaron en primer lugar Grigera *et al.* [44] en 1998 y posteriormente a Maiorov *et al.* [45] a preguntarse si el vidrio debido a la presencia de maclas, corresponde a un vidrio de Bose. Utilizando un cristal con una sola familia de maclas, mostraron que tanto las variaciones angulares en el régimen lineal, como la disipación en función de la corriente para  $\theta_H = 0^\circ$  están gobernadas por leyes de escala.

Aunque estas evidencias sugieren la existencia de la transición de fase, sus

propiedades termodinámicas no son concluyentes debido a la naturaleza fuera del equilibrio del experimento. Parece claro que una medida directa de la principal predicción de la teoría del vidrio de Bose el efecto Meissner transversal, es crucial para confirmar o bien refutar las conclusiones obtenidas mediante las mediciones de transporte. Un primer intento de medir este efecto fue realizado por Smith *et al.* [47, 48] utilizando un conjunto de micro sensores Hall ubicados paralelos a los defectos correlacionados en monocristales de YBCO con defectos columnares. Estos autores realizaron un enfriamiento del cristal a campo aplicado cero (ZFC) y monitorearon la componente perpendicular del campo magnético a medida que rotaban el campo aplicado fuera de la dirección de los defectos. Sin embargo experimentos de expulsión de flujo (FC) no fueron reportados por falta de sensibilidad en el arreglo experimental. En estas condiciones, los resultados obtenidos son ambiguos ya que también pueden interpretarse los mismos como efecto del anclaje de vórtices.

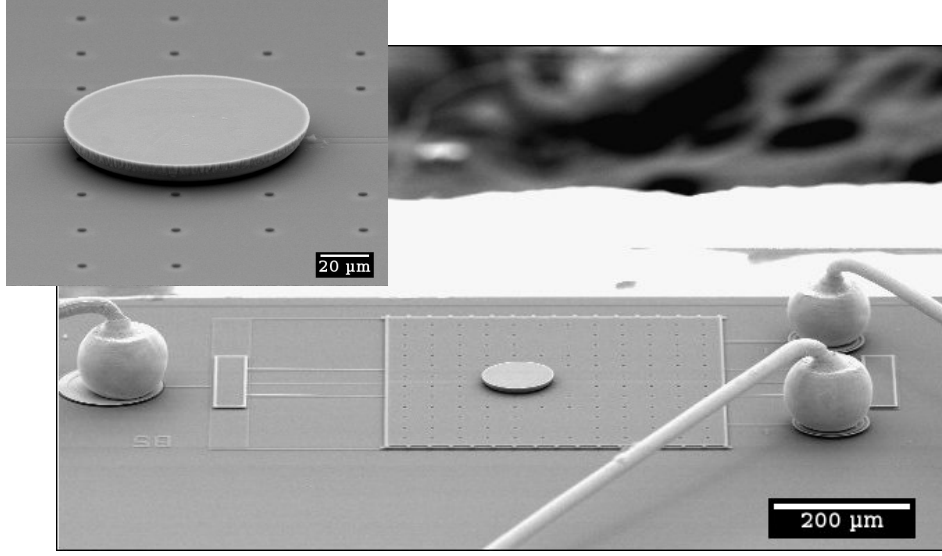
En el Capítulo 2 describimos estos trabajos experimentales que apuntan a evidenciar algunas de las características fundamentales de la transición desde un líquido de vórtices a un vidrio de Bose predicha por Nelson y Vinokur [35]. Esta es caracterizada por una resistividad lineal que se anula en la temperatura de transición  $T_{BG}$ , una dependencia angular de esta temperatura en forma tipo cúspide con un máximo en la dirección de los defectos y un apantallamiento del campo magnético aplicado perpendicular a los defectos correlacionados,  $B_{\perp} = 0$ , es decir un efecto Meissner en la dirección transversal. De las medidas de magnetización en función de la temperatura esperamos encontrar que este efecto suceda en forma continua, evidenciando la naturaleza de segundo orden de la transición.

## 7.1 Torque magnético cerca de $T_c$

En esta sección presentamos los resultados y el análisis de la respuesta magnética de los discos superconductores maclados cuando aplicamos un campo magnético externo en un ángulo  $\theta_H$  respecto del eje  $\hat{c}$ , usando como magnetómetro micro-osciladores torsionales de Si. En primer lugar analizaremos la respuesta del sensor y el rango angular adecuado para realizar las medidas. En la parte final de esta sección mostraremos medidas de magnetización en función de la temperatura.

A lo largo de la tesis hemos presentado una variedad de diseños de micro-osciladores con distintas características, lo que nos dio la posibilidad de estudiar distintos rangos de operación y sensibilidad. Para las medidas de magnetización hemos utilizado el diseño de oscilador B5 que consiste de una paleta cuadrada de  $500 \times 500 \times 3.5 \mu\text{m}^3$  anclada al sustrato por dos barras torsionales de  $200 \mu\text{m}$  de largo separadas entre sí por una longitud de  $100 \mu\text{m}$ . La constante elástica torsional de este diseño es  $k = 5.4 \times 10^{-9} \text{ N} \cdot \text{m} \cdot \text{rad}^{-1}$  y posee una capacidad eléctrica sin torque  $C_0$  de  $\approx 0.62 \text{ pF}$ . La figura 7.1 muestra una imagen SEM del micro-oscilador con un disco superconductor de YBCO montado sobre la paleta. El disco posee un diámetro de  $100 \mu\text{m}$  y aproximadamente  $10 \mu\text{m}$  de espesor y fue seleccionado de tal manera que posea una sola familia de maclas. El montaje del disco fue realizado a un ángulo,  $\beta$ , entre la normal del plano de las maclas y el eje de rotación del micro-oscilador igual a  $75^\circ$ . Los detalles de la orientación maclas es mostrada en el

inset de la figura 7.2.



**Figura 7.1:** Micrografía SEM del oscilador mecánico con un cristal maclado de YBCO montado sobre la paleta. También pueden observarse el detalle de la conexión a la paleta (a la izquierda de la imagen) y cada electrodo subyacente (a la derecha) realizadas con el wire bonder y destinada a la detección capacitiva. El proceso de montaje de la muestra y la realización de las conexiones fueron llevadas a cabo mediante el proceso detallado en el Capítulo 6. Inset: Detalle del disco de 100  $\mu\text{m}$  de diámetro y 10  $\mu\text{m}$  de espesor preparado con FIB.

Todos los datos fueron tomados variando la temperatura en un campo magnético fijo  $\vec{H} = H\hat{z}$  y en un ángulo  $\theta_H$  respecto al substrato. El plano de rotación del campo magnético es elegido perpendicular al eje de rotación del micro-oscilador. Los mayoría de los experimentos corresponde a protocolos FC, es decir que los datos fueron tomados bajando la temperatura después de aplicar el campo magnético a temperaturas más grandes que la temperatura de transición superconductora,  $T_c$ . Tal como se esquematiza en la figura 7.3, cuando la muestra se vuelve superconductora aparece un torque magnético dado por

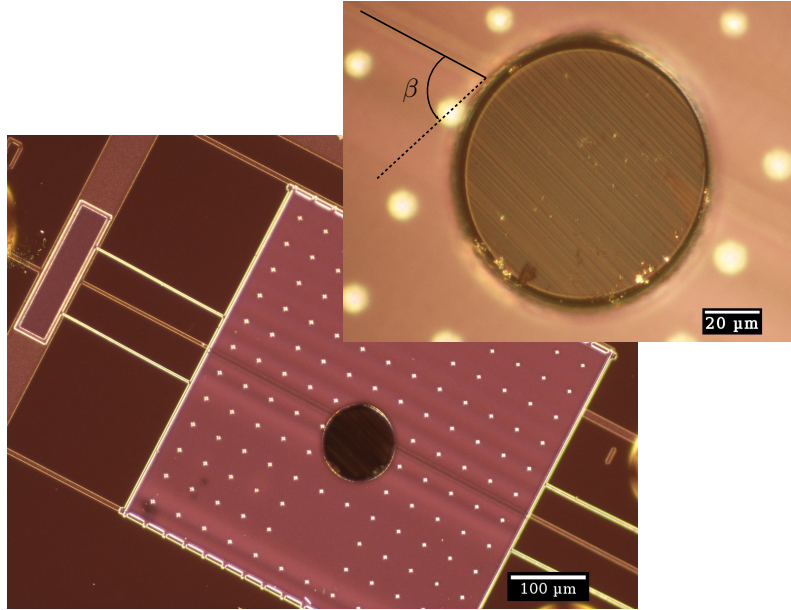
$$\vec{\tau} = \mu_0 \vec{\mu} \times \vec{H} \approx \mu_0 M V H \theta'_H \quad (7.1)$$

donde  $M$  es la magnetización y  $V$  el volumen de la muestra del orden de  $7.55 \cdot 10^{-14} \text{ m}^3$  y  $\theta'_H = \theta_H + \alpha$ . Este torque será contrarrestado por la constante elástica torsional,  $k$ , del oscilador en un ángulo de inclinación dado por  $\alpha = k/\tau$ .

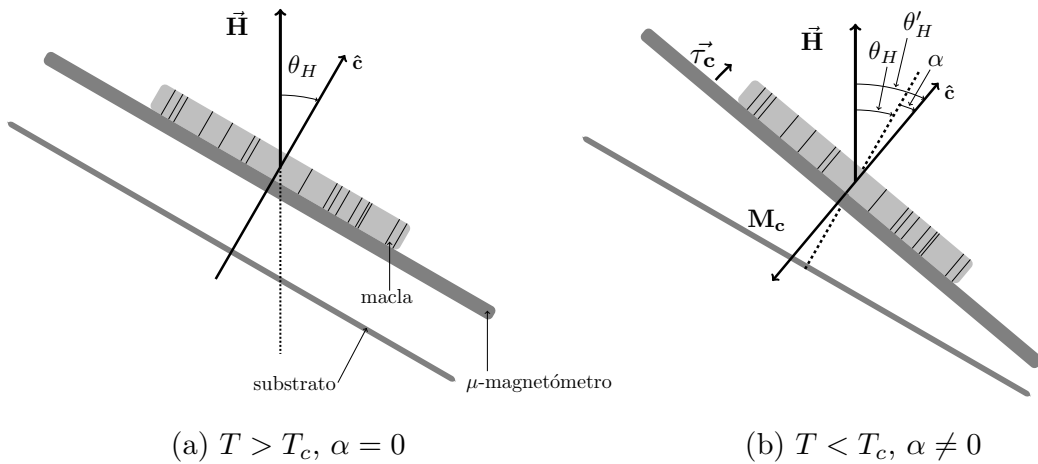
A partir de medidas de la capacidad eléctrica y usando nuevamente la ecuación para  $C(\alpha)$  desarrollada en el Capítulo 4, podemos estudiar el comportamiento del ángulo de inclinación del micro-oscilador cuando modificamos, la temperatura, el campo magnético y el ángulo  $\theta_H$ .

### 7.1.1 Análisis de la respuesta del oscilador

Antes de estudiar la respuesta magnética del disco superconductor, resulta útil verificar el funcionamiento del oscilador montado dentro del crióstato. Esto es



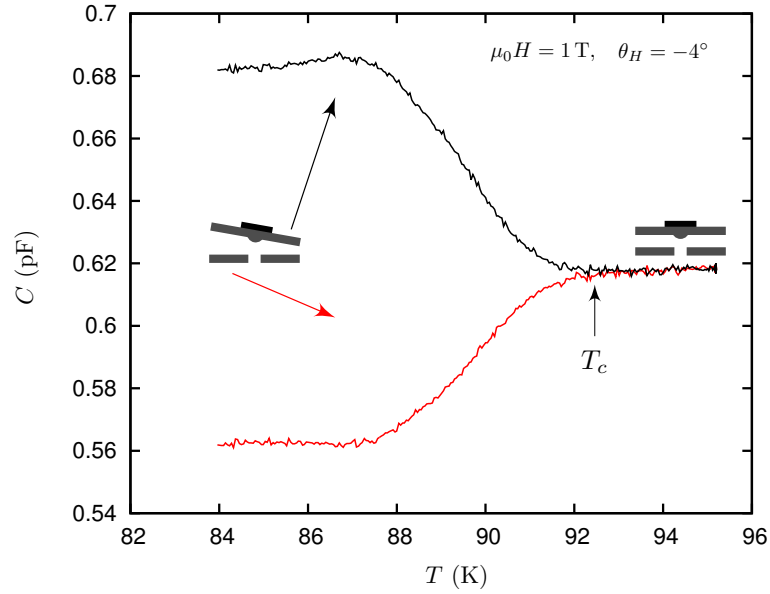
**Figura 7.2:** Micrografía tomada con microscopio óptico usando luz polarizada para determinar la orientación de las maclas respecto al eje de rotación del micro-oscilador. Inset: Detalle del disco maclado de YBCO. La normal de los planos de las maclas (línea de trazos) está a  $75^\circ$  respecto del eje de rotación del oscilador torsional (línea sólida).



**Figura 7.3:** Esquema del sistema sensor-disco superconductor para una temperatura (a) superior a la temperatura de transición y (b) por debajo de  $T_c$ . En esta última se representa la magnetización del disco superconductor con maclas.



necesario debido a que en la manipulación de estos dispositivos, caracterizados por poseer paletas de gran tamaño y pequeños gaps paleta-electrodo, puede conducir al pegado del oscilador debido a estática <sup>1</sup>. Siguiendo la misma metodología utilizada cuando abordamos la caracterización capacitiva del dispositivo, podemos colocar una tensión dc en uno de los electrodos (vía el terminal  $L$  del puente) mientras registramos los valores de capacidad eléctrica en función del tiempo. De esta manera verificamos que el dispositivo responde a un torque externo.

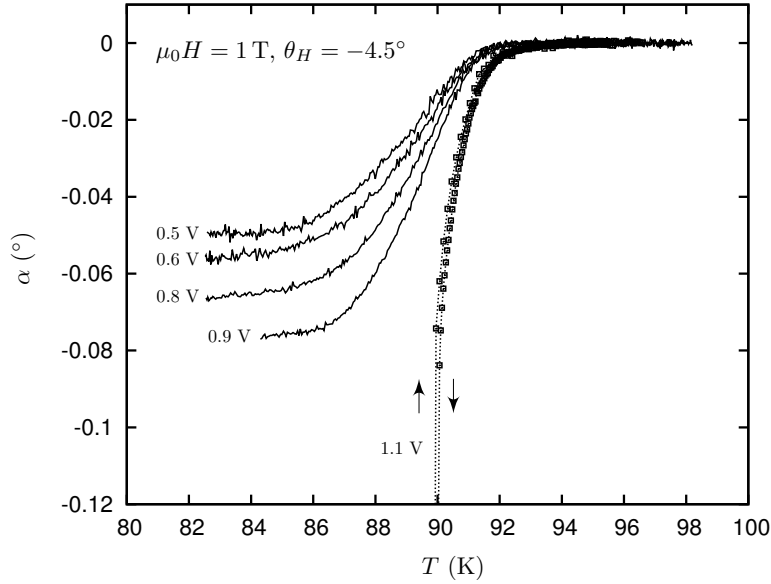


**Figura 7.4:** Dependencia en temperatura de la capacidad en ambos electrodos para el diseño B5. La medida es FC con un campo magnético externo  $\mu_0 H = 1$  T. El campo magnético está inicialmente a un ángulo  $\theta_H = -4^\circ$  respecto del eje  $\hat{c}$ .

Podemos estudiar ahora la dependencia de la capacidad con respecto a la temperatura cuando aplicamos un campo  $H$  inclinado un ángulo  $\theta_H$  respecto del defecto correlacionado. En este caso, para  $T < T_c$  el torque externo vendrá dado por la expresión 7.1. En la figura 7.4 se grafica la medida de la capacidad eléctrica en función de la temperatura para cada electrodo cuando un campo magnético de  $\mu_0 H = 1$  T es aplicado en un ángulo de  $\theta_H = -4^\circ$  respecto del eje  $\hat{c}$  de la muestra [109]. Estas medidas fueron realizadas usando el puente capacitivo con un voltaje del generador  $V_g = 1$  V y operando a una frecuencia de 20 kHz. Si bien el oscilador en el VTI no está en vacío sino en una presión de  $\approx 300$  mTorr de He gas, la medida de la capacidad eléctrica no se ve modificada ya que la permitividad eléctrica del He es aproximadamente la unidad [110]. De la figura podemos observar que efectivamente el oscilador comienza a modificar su capacidad debido a la aparición de un torque magnético para una temperatura de aproximadamente 92 K consistente

<sup>1</sup>Recordemos que el voltaje de pull-in presenta valores bajos en dispositivos con estas características.

con la temperatura crítica superconductora del monocristal de YBCO obtenida mediante el magnetómetro SQUID. Notar que mientras una de las capacidades aumenta respecto  $C_0$  la otra disminuye. Esto nos indica, que el oscilador responde a un torque magnético y no a una fuerza producida por un gradiente del campo magnético donde se espera que los dos electrodos aumenten su capacidad eléctrica.



**Figura 7.5:** *Angulo de inclinación del micro-oscilador en función de la temperatura para distintos voltajes del generador del puente AH2700A, cuando el ángulo del campo respecto al eje  $\hat{c}$ ,  $\theta_H$ , es igual a  $-4.5^\circ$ . Para este diseño un voltaje  $V_g \approx 1$  V hace que el sistema se vuelva inestable cuando se supera un ángulo de inclinación  $\alpha = -0.09^\circ$ .*

Por otro lado, la figura 7.5 muestra las medidas para la dependencia en temperatura del ángulo de inclinación  $\alpha$  para distintos valores del voltaje del generador del AH2700A. Este ángulo es obtenido a partir de la capacidad eléctrica (para cada temperatura) promediando las medidas de ambos electrodos. Recordamos de lo visto anteriormente, que al aumentar el voltaje de generador disminuye la distancia inicial entre los electrodos y la paleta y se restringe el rango de estabilidad del micro-oscilador. Voltajes muy chicos por otro lado presentan en general medidas de capacidad ruidosas.

En este caso particular, para un ángulo del campo aplicado de  $\theta_H = -4.5^\circ$  (mayor inclinación del campo comparada con la medida presentada en la figura 7.4) y para  $V_g$  del orden de 1 V se produce un salto en  $\alpha$  cuando la paleta del oscilador se inclina un ángulo mayor (en valor absoluto) a  $\alpha_i \approx -0.09^\circ$ . En este punto el sistema se vuelve inestable y la paleta se pega. La curva correspondiente al voltaje  $V_g = 1.1$  V es representada en línea de puntos para mostrar esta característica especial. Esta curva muestra adicionalmente un comportamiento reversible cuando detenemos el enfriamiento y comenzamos a aumentar temperatura (FCW). Esto indica que el efecto de inestabilidad es reversible por lo que las consideraciones

tenidas en cuenta en el diseño, con el agregado de *dimples* para minimizar el contacto de la paleta con su electrodo subyacente, resultan adecuadas para probar el rango angular del sistema sensor-muestra para distintos voltajes  $V_g$ .

Podemos concluir que para un campo aplicado de 1 T y para un voltaje del generador del AH2700A del orden de 1 V, el rango angular experimental del campo magnético esta restringido a  $|\theta_H| < 4.5^\circ$ . Este rango disminuye a medida que el campo aumenta, sin embargo estamos interesados en el comportamiento de pequeños ángulos  $\theta_H$  en torno al eje  $\hat{c}$ . Diseños con mayores constantes elásticas torsionales  $k$  permiten ampliar este rango angular de trabajo.

En esta sección presentamos un análisis general de la respuesta del micro-oscilador con un disco superconductor de YBCO. En primer lugar, verificamos su funcionamiento en respuesta a un torque externo generado por un voltaje dc aplicado a temperatura ambiente. Posteriormente, mostramos las primeras medidas de la respuesta magnética del sistema en función de la temperatura cuando el campo magnético aplicado esta inclinado un ángulo  $\theta_H$  respecto a los defectos. El rango angular sobre el cual podemos variar  $\theta_H$  esta determinado por el rango angular de estabilidad del micro-oscilador. Este último depende de la constante elástica de torsión  $k$ , de magnitud del campo magnético y del voltaje del generador del puente capacitivo.

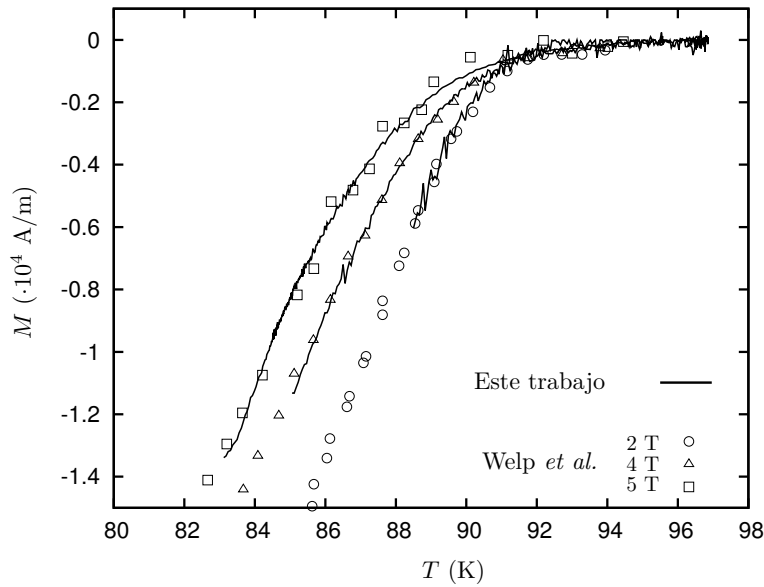
### 7.1.2 Magnetización $M_c$

Debido a que la constante elástica del resorte depende solo levemente de la temperatura, para una dirección fija de la magnetización, el ángulo de deflexión  $\alpha$  de la paleta del micro-magnetómetro es proporcional a la magnetización de muestra superconductora.

La figura 7.6 muestra los valores calculados para la magnetización<sup>2</sup> del disco de YBCO, determinados a partir de las medidas del ángulo  $\alpha$  y de la expresión 7.1, en función de la temperatura para los campos magnéticos 2, 4 y 5 T y para un valor de  $\theta_H$  cercano a cero. Debido a la forma de la muestra y a la anisotropía del material la dirección reversible de la magnetización del disco de YBCO es considerada paralela al eje  $\hat{c}$  [112].

Los resultados obtenidos para estos campos son comparados con los datos de magnetización obtenidos por Welp *et al.* [111]. Estos autores realizan medidas de magnetización dc en cristales de YBCO sin maclas con una  $T_c = 92.2$  K, utilizando un magnetómetro SQUID con campo de hasta 5 T, para determinar el campo crítico superior  $H_{c2}$ . En el rango de temperaturas presentados, nuestros resultados muestran un excelente acuerdo con las medidas de Welp *et al.*, donde se puede apreciar claramente la transición superconductora que presenta una curva redondeada cerca de  $T_c$  debido principalmente a las fluctuaciones térmicas. A partir del comportamiento observado en las medidas de transporte [45] esperamos que la influencia del defecto correlacionado se manifieste en un rango de temperaturas menores que la estudiadas en esta sección para estos campos. Esto será tema de estudio y discusión de las

<sup>2</sup>El hecho de que la normal de las maclas no esté perfectamente perpendicular al eje de rotación del oscilador afecta a la magnitud de la magnetización en un factor proporcional a  $\sin(\beta)$  [7], con  $\beta = 75^\circ$ .



**Figura 7.6:** Dependencia en temperatura de la magnetización para distintos campos magnéticos aplicados (2, 4 y 5 T) ubicado perpendicular a plano ab para medidas FC. Las líneas continuas son los datos obtenidos desde nuestro experimento y los puntos discretos obtenidos por Welp et al. [111].

siguientes secciones.

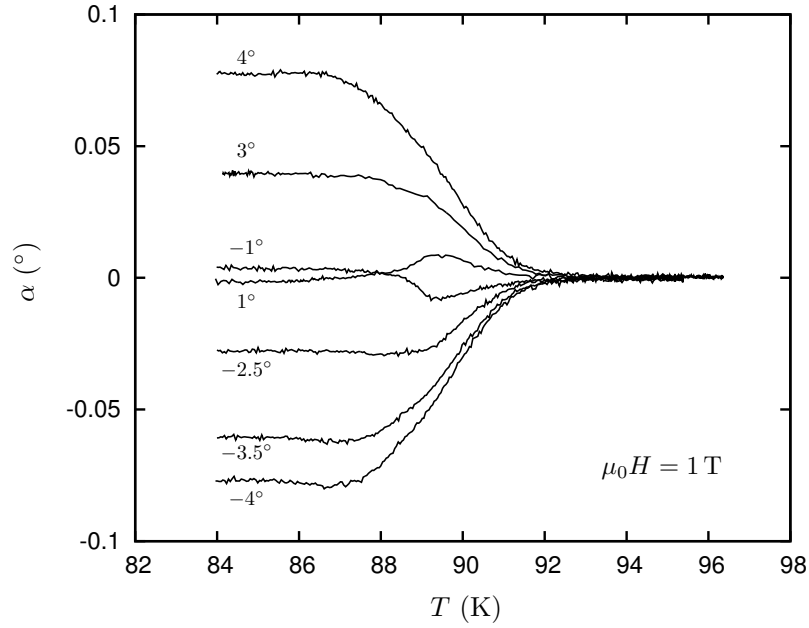
## 7.2 Magnetización Transversal

En esta sección estudiaremos el comportamiento del sistema en un rango más amplio de temperaturas y para distintos ángulos del campo aplicado con el fin de estudiar la influencia de los defectos correlacionados sobre la magnetización del disco superconductor. Al final del capítulo volveremos a la gráfica 7.6 para completar la descripción de nuestro sistema en comparación con muestras sin defectos correlacionados.

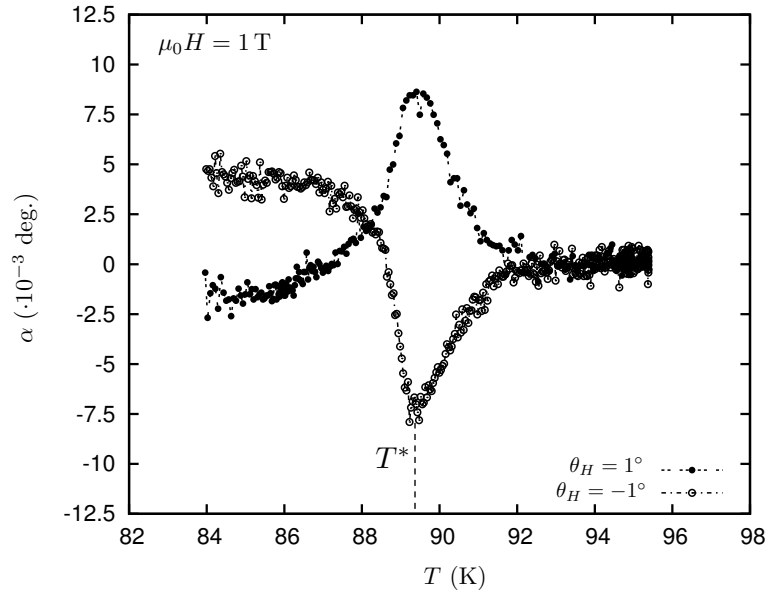
### 7.2.1 Campo Magnético 1 T

La figura 7.7 resume la respuesta angular del micro-oscilador como función de la temperatura para un campo aplicado de  $\mu_0 H = 1$  T dentro del rango angular de desalineaciones del campo,  $|\theta_H| < 4.5^\circ$ , determinado anteriormente. Podemos hacer distintas observaciones del análisis de estos resultados. En primer lugar, para todos los ángulos medidos la paleta del oscilador comienza a inclinarse para temperaturas cercanas a  $T_c$  como habíamos notado anteriormente. La deflexión es simétrica para los ángulos  $\theta_H$  alrededor del eje  $\hat{c}$  y su magnitud se incrementa cuando  $\theta_H$  aumenta tal como es descrito por la expresión 7.1. Esto indica que el micro-oscilador se comporta como un torquímetro de alta sensibilidad.

Para pequeños ángulos en torno al eje  $\hat{c}$  tales que  $|\theta_H| \approx 1^\circ$ , observamos un



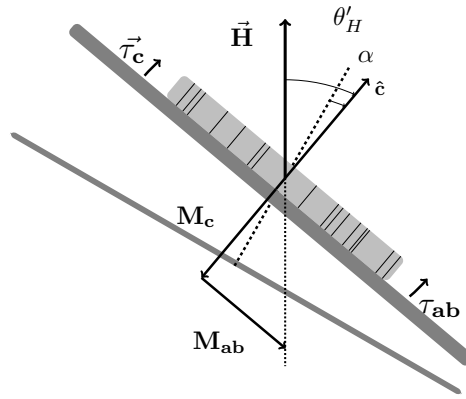
**Figura 7.7:** Ángulo de inclinación del magnetómetro en función de la temperatura para distintos  $\theta_H$  y campo aplicado  $\mu_0 H = 1$  T en el rango de valores dados por  $|\theta_H| < 4.5^\circ$ .



**Figura 7.8:** Comportamiento del ángulo de inclinación del magnetómetro para ángulos chicos  $\theta_H = \pm 1^\circ$ . A partir de la temperatura  $T^* \approx 89.2$  K se observa un claro cambio de comportamiento de los datos.

claro cambio de comportamiento. La figura 7.8 muestra en detalle la dependencia en temperatura del ángulo de inclinación de oscilador para  $\theta_H = \pm 1^\circ$ . En la temperatura indicada como  $T^*$  el ángulo de inclinación del oscilador alcanza un valor máximo. Esto indica que el torque magnético ejercido por la muestra comienza a disminuir a medida que la temperatura se reduce. Las curvas se vuelven no monótonas, es decir presentan partes donde su comportamiento es creciente y partes donde es decreciente, a partir de la temperatura  $T^* \approx 89.2$  K. Este comportamiento representa un cambio brusco en la derivada  $d\alpha/dT$ , y por lo tanto en la derivada de la magnetización,  $dM/dT$ . Esta última indica un cambio en la segunda derivada de la energía libre, lo cual es una señal distintiva para una transición de fase termodinámica de segundo orden [113].

Una simple explicación para el comportamiento de la medida puede ser dado en términos del modelo de vidrio de Bose. A altas temperaturas, donde los vórtices están en el estado líquido ( $T_c > T > T^*$ ), la magnetización de la muestra esta principalmente apuntando a lo largo del eje  $\hat{c}$  del cristal debido a la geometría de la muestra y la anisotropía del material. Esta magnetización ejerce un torque 'negativo' sobre el sistema magnetómetro-muestra.



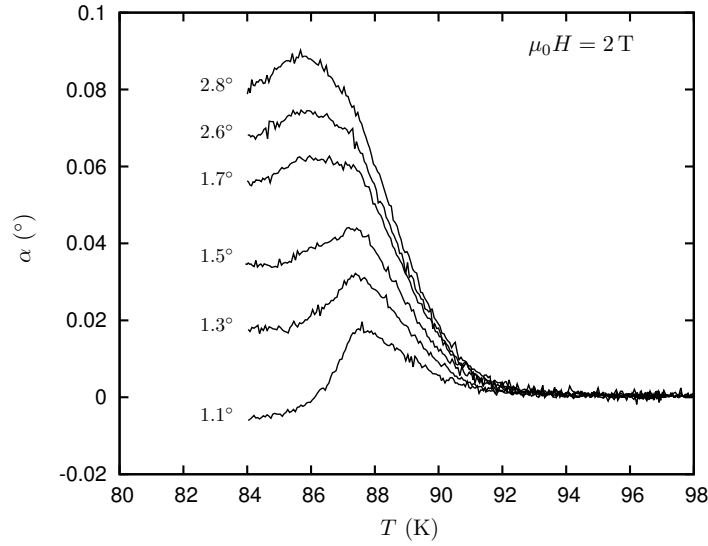
**Figura 7.9:** Representación vectorial de los torques contrapuestos que intervienen en este régimen angular de pequeños ángulos y para temperaturas menores que  $T^*$ .

Cuando la muestra entra en la fase del vidrio de Bose ( $T < T^*$ ) un efecto Meissner transversal aparece implicando una componente de la magnetización perpendicular a la magnetización del líquido lo que contrarresta el torque total. Por lo tanto es posible asignar esta salida de la fase de líquido de vórtices en respuesta a una magnetización transversal  $M_{ab}$ , como se muestra en la figura 7.9.

### 7.2.2 Campo Magnético 2 T

Más evidencias de esta anomalía en  $T^*$  puede ser obtenida estudiando la respuesta angular del oscilador para otros valores del campo magnético aplicado. La figura 7.10 muestra estos resultados cuando realizamos medidas de FC en el caso de  $\theta_H$  positivos para un campo aplicado  $\mu_0 H = 2$  T. Como adelantamos anteriormente el rango angular en  $\theta_H$  se reduce cuando incrementamos el campo magnético. Una de

las características más importantes que podemos observar como en el caso anterior, es la aparición de la anomalía a medida que la dirección del campo se acerca a la del eje  $\hat{c}$  de la muestra. En adición, podemos notar que la temperatura a la cual se produce este cambio de comportamiento es aproximadamente 87.5 K, que es menor que la encontrada para el caso de 1 T. Esto nos sugieren una dependencia de  $T^*$  con el campo aplicado para esta muestra de YBCO con defectos correlacionados.



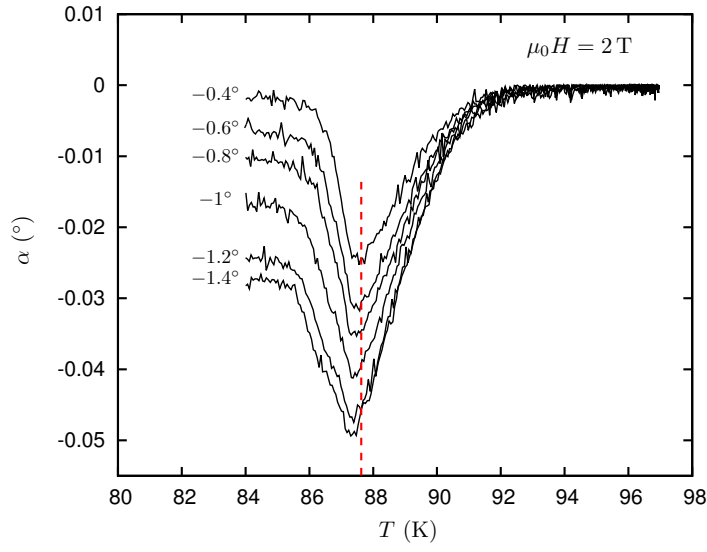
**Figura 7.10:** Desplazamiento angular del oscilador en función de la temperatura para un campo aplicado de 2 T para valores de  $\theta_H$  positivos cercanos a cero.

Por otra parte, el comportamiento para ángulos  $\theta_H$  negativos es mostrado en la figura 7.11, donde podemos ver la tendencia de  $T^*$  a medida que el ángulo del campo aumenta en valor absoluto. Otra fuerte evidencia de que esta anomalía está relacionada a la transición del vidrio de Bose puede ser obtenida representando  $T^*$  como una función del ángulo  $\theta_H$ , como se muestra en la figura 7.12. La forma tipo cúspide de la temperatura de transición predicha para esta fase es claramente evidente. Estos datos fueron obtenidos a partir de la derivada con respecto a la temperatura del ángulo de inclinación ( $d\alpha/dT$ ) para cada ángulo del campo aplicado y en un rango de temperaturas cercanas a  $T^*$ . Para cada  $\theta_H$  computamos la temperatura en la cual  $d\alpha/dT = 0$ .

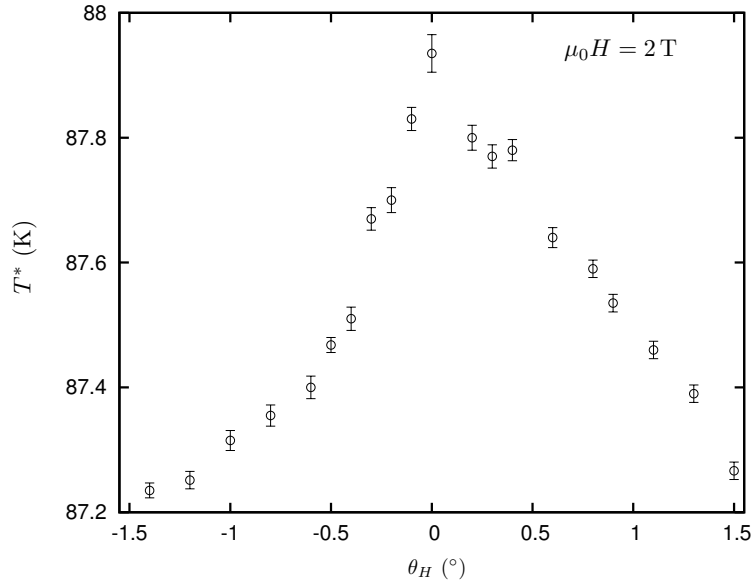
En 1974 E. Fisher y D. Nelson [114] introdujeron una teoría de escala que luego fue utilizada por Nelson y Vinokur [35] para determinar la dependencia angular de la temperatura de transición,  $T_{BG}$ , dada por:

$$T_{BG}(\theta_H) = T_{BG}(0) \left[ 1 - \left( \frac{|\sin(\theta_H)|}{x_c} \right)^{1/sx} \right] \quad (7.2)$$

donde  $x_c$  es un parámetro relacionado con la anulación de la resistividad en  $T_{BG}$  [40] y  $sx$  ( $= 3$ ) un exponente crítico independiente del tipo de modelo microscópico que estemos tratando y estrictamente válido para defectos columnares o planares. De los resultados obtenidos a través de la teoría de Nelson y Vinokur, Grigera *et*



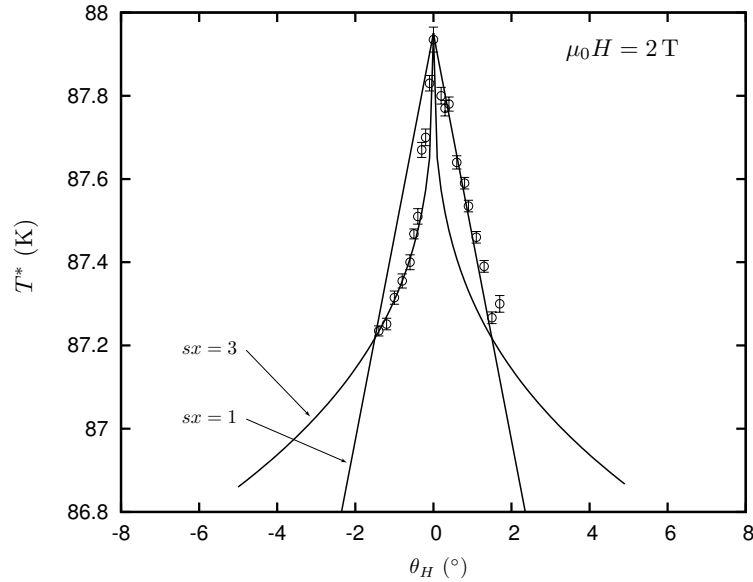
**Figura 7.11:** Desplazamiento angular del oscilador en función de la temperatura para un campo aplicado de 2 T para valores de  $\theta_H$  negativos cercanos a cero.



**Figura 7.12:** Dependencia angular de  $T^*$  cuando aplicamos un campo magnético de 2 T. La forma de cúspide es consistente con las predicciones de Nelson y Vinokur [35] para la transición del vidrio de Bose.



*al.*[44] pudieron ajustar la dependencia angular de la temperatura de transición de la forma  $T_{BG}(\theta_H) \sim \theta_H^{1/3}$ , dando una respuesta positiva a la pregunta sobre si el vidrio de maclas es o no un vidrio de Bose.



**Figura 7.13:** Dependencia angular de  $T_{BG}$ . Las líneas son ajustes realizados usando la ecuación 7.2 con  $sx = 1$  y  $sx = 3$ .

Sin embargo, en 1999 Lidmar y Wallin [115] corrigieron el trabajo de Nelson y Vinokur y predijeron una dependencia lineal de temperatura de transición con  $sx = 1$ . Este punto de discusión con respecto a la forma del pico donde distintas muestras con defectos columnares presentan una dependencia lineal ( $sx = 1$ ) con el ángulo mientras que para muestras con maclas esta curva es no lineal [38, 116] fue estudiada por Maiorov *et al.* [45]. Estos autores encontraron un cambio del comportamiento angular de lineal a no-lineal para un campo crítico de 4 T para muestras de YBCO con una familia de maclas.

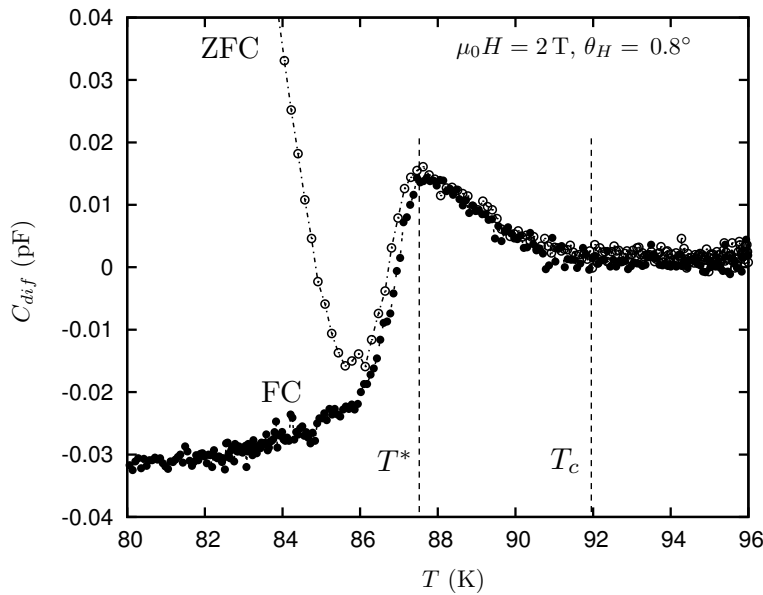
Como se muestra en la figura 7.13, para nuestro caso particular no observamos una dependencia angular clara. Los datos presentan una leve asimetría respecto de  $\theta_H = 0$  para campos de 2 T en adelante, y pareciera ajustar con distintas dependencias para ángulos positivos y negativos. Sin embargo, estas diferencias en los exponentes no influye en las predicciones de la teoría, tales como la localización de los vórtices o el efecto Meissner transversal, pero implica una mayor atención cuando se estudia el comportamiento universal de las medidas de corriente-voltaje.

El cambio de universalidad de campos altos propuesto en [45], manifestado en la forma no lineal del pico de  $T_{BG}$  y que conlleva a una falla de las relaciones de escala del vidrio de Bose, no fue evidenciado en forma concluyente de nuestras medidas de magnetización. Sugieren sólo una naturaleza de segundo orden de la transición para ángulos cercanos al eje  $\hat{c}$  y en todo el rango de campos estudiados.

### 7.2.3 Breve discusión de una medida ZFC

Anteriormente hemos analizado las medidas realizadas por Smith *et al.* [47, 48] sobre cristales de YBCO con defectos columnares. Estos autores presentan evidencias del apantallamiento de la componente perpendicular del campo, y por lo tanto del efecto Meissner transversal a partir de medidas de ZFC. También señalamos que un efecto similar se observaría debido al efecto de anclaje de los vórtices. La principal diferencia entre ambos fenómenos puede encontrarse realizando experimentos de enfriamiento con y sin campo aplicado (FC-ZFC).

Todos los resultados presentados en las secciones anteriores fueron obtenidos en forma reversible enfriando con campo (FC) y luego calentando con campo (field cooling warming FCW) mostrando evidencia de la expulsión de la componente perpendicular del campo magnético aplicado. A continuación, mostraremos la comparación de una medida FC-ZFC obtenida para el disco superconductor de YBCO con maclas montado en el micro-oscilador. La figura 7.14 muestra estos resultados para un ángulo  $\theta_H = 0.8^\circ$  y un campo magnético aplicado de 2 T. En esta figura hemos graficado la diferencia de las capacidades de los electrodos ( $C_1 - C_2$ ) en función de la temperatura.



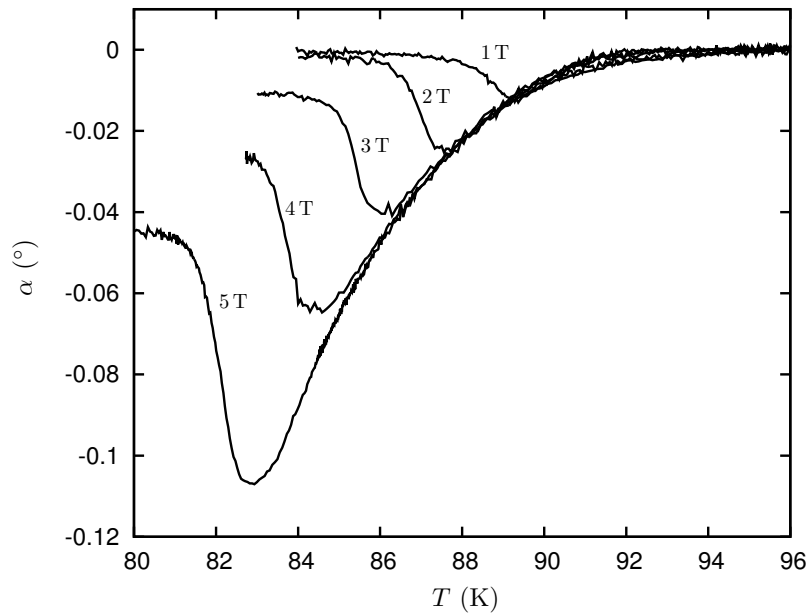
**Figura 7.14:** Comparación de una medida ZFC-FC para el disco de YBCO con maclas anteriormente estudiado. Para estas medidas usamos un campo magnético de 2 T aplicado en un ángulo  $\theta_H = 0.8^\circ$ . Para las medidas de ZFC a bajas temperaturas el micro-oscilador se encuentra pegado, a partir de una temperatura cercana a 80 K el sensor comienza a desprenderse.

Cuando aplicamos un campo a bajas temperaturas el cambio abrupto de torque genera el pegado de la paleta del sensor. A medida que aumentamos la temperatura y nos acercamos a la temperatura  $T^*$ , identificada como la temperatura  $T_{BG}(\theta_H)$  para este campo, el torque disminuye y finalmente el oscilador se suelta recorriendo la

curva de FC. Sin embargo este efecto no es reproducible ya que la temperatura en la que se produce el despegado del oscilador no puede ser controlada. Si bien no podemos sacar conclusiones sólidas del comportamiento de estos datos, nos sugieren que las medidas de FC-ZFC son iguales a partir de una  $T < T_{BG}$  lo que indicaría el carácter termodinámico del efecto Meissner transversal evidenciado por la aparición de una magnetización transversal. De la gráfica podemos observar también que por encima de  $T_c \approx 92$  K no se observan cambios en la capacidad del sensor (torque nulo).

### 7.3 Comparación con distintos campos

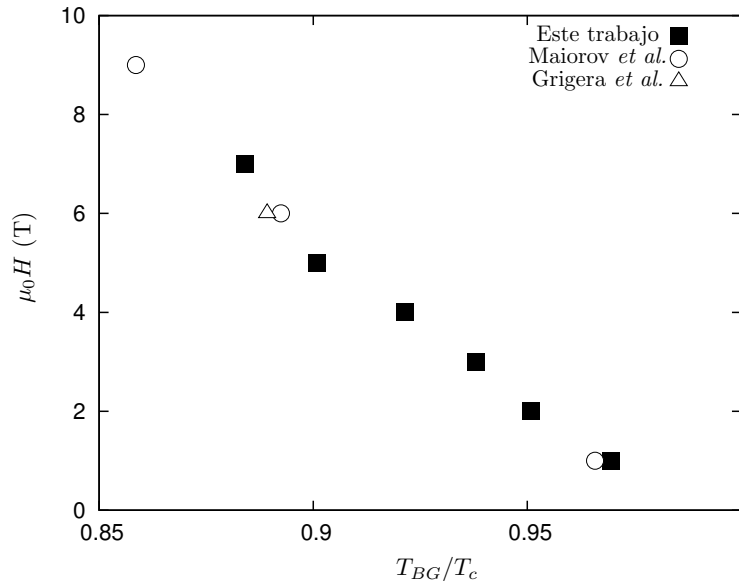
En la presente sección presentamos una comparación de la respuesta angular del sistema oscilador-disco para distintos campos magnéticos aplicados. La figura 7.15 resume estos resultados para el mismo  $\theta_H$  nominal de  $-0.4^\circ$  y para campos de 1 a 5 T. Una dependencia clara en campo para la discontinuidad de  $dM/dT$  es observada. Adicionalmente, las curvas se solapan para temperaturas mayores a la  $T^*(H)$  indicando que la magnetización tiene una dependencia de aproximadamente  $1/H$  en el estado de líquido de vórtices reversible. A temperaturas cercanas a  $T_c$  el solapamiento de las curvas se pierde. Esto es consistente con fluctuaciones térmicas 3D de la magnetización termodinámica [111, 117].



**Figura 7.15:** Desplazamiento angular del oscilador en función de la temperatura para diferentes campos magnéticos en un ángulo  $\theta_H = -0.4^\circ$ . Resulta evidente la dependencia de la temperatura de transición  $T_{BG}$  con el campo aplicado

Del comportamiento en función del campo aplicado podemos obtener la temperatura de transición en un ángulo cercano a  $\theta_H = 0^\circ$  y compararla con los resultados

obtenidos tanto por Grigera et al.[44] como por Maiorov et al [45] en las medidas de transporte sobre muestras de YBCO con maclas. La figura 7.16 resume la posición de la temperatura  $T^*(H, \theta_H)$  normalizada por la temperatura crítica superconductora de cada muestra en el diagrama de fase campo-temperatura, en comparación con los datos obtenidos desde el *scaling* de las medidas de transporte para cristales similares mostrando un perfecto acuerdo con nuestros datos.

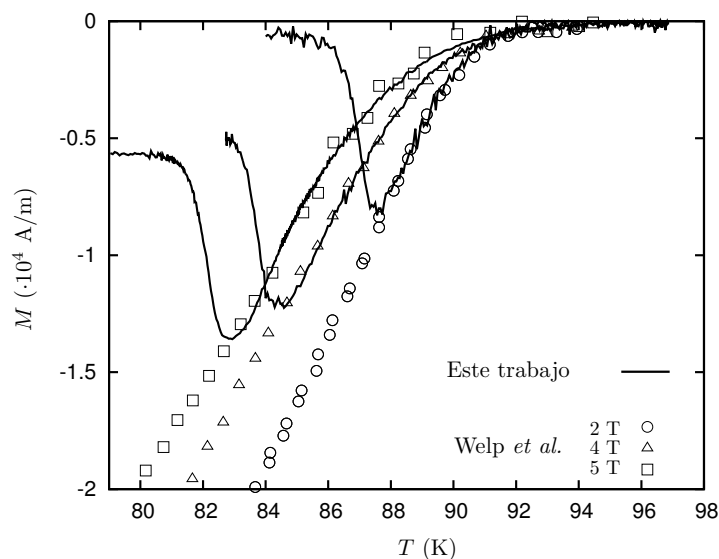


**Figura 7.16:** Diagrama de fase para la discontinuidad  $dM/dT$  medidas en comparación con las temperaturas obtenidas desde medidas de transporte reportados por Grigera et al. [44] y Maiorov et al. [45].

En las primeras secciones presentamos los datos de magnetización para distintos campos obtenidos desde las medidas del ángulo de inclinación del oscilador en excelente acuerdo con las medidas realizadas por Welp y sus colaboradores [111] en muestra de YBCO sin defectos correlacionados. La figura 7.17 incluye el rango de temperaturas y ángulo correspondiente a la fase del vidrio de Bose. Podemos observar que los datos de magnetización se apartan del comportamiento esperado cuando la temperatura alcanza la  $T_{BG}$  para cada campo respectivamente. Este cambio pone en evidencia la influencia de los defectos correlacionados con la aparición de una magnetización en la dirección transversal que apantalla la componente perpendicular del campo magnético aplicado, debido a la localización de los vórtices en los defectos.

## 7.4 Discusión Final

La fase del vidrio de Bose es descrita por la localización colectiva de vórtices en los defectos correlacionados y exhibe dos consecuencias características: una resistividad eléctrica lineal que desaparece y un módulo de inclinación (*tilt*) elástico divergente causado por el alineamiento en los defectos correlacionados. Otra consecuencia de



**Figura 7.17:** Magnetización del disco superconductor de YBCO para diferentes campos aplicados en todo el rango de temperaturas estudiado. Las líneas continuas representan los datos medidos desde el ángulo de inclinación de la paleta del oscilador y son comparados con medidas realizadas con un magnetómetro SQUID por Welp *et al.* [111].

esta localización de vórtices es que la fase de vidrio de Bose se comporta como un superconductor contra los campos magnéticos perpendiculares.

Esto significa que para campos perpendiculares suficientemente bajos, o ángulos de inclinación del campo pequeños un apantallamiento espontáneo y perfecto debe ocurrir, esto es el efecto Meissner transversal. Sin embargo, para campos perpendiculares más altos que el campo crítico el apantallamiento perfecto puede ser perdido. Para ángulos más grandes el sistema entra en un estado de anclaje de los vórtices inclinados [41] denominado configuración de tipo escalera (ver Figura 2.4c). En esta configuración parte de los vórtices se encuentran localizados mientras que otras partes se intentan alinear con el campo externo. Hay aquí un apantallamiento del campo perpendicular aunque más pequeño en magnitud que el del estado Meissner transversal.

Llevando este análisis a nuestros resultados, realizados en el mismo rango de valores de campo que el usado en los experimentos de Mayorov *et al.* y efectivamente superiores al campo crítico ( $\approx 100$  Oe) [118]. Cuando el sistema alcanza la temperatura  $T^*$  aparece una magnetización transversal que apantalla sólo *parcialmente* la componente perpendicular del campo. Un análisis del comportamiento a bajos campos en un rango angular grande debería reflejar estos cambios de comportamiento que surgen de transitar por las diferentes estructuras de vórtices en muestras superconductoras con defectos correlacionados.

## 7.5 Conclusiones

La determinación en primer lugar de las propiedades superconductoras del disco superconductor maclado, tal como su  $T_c$ , confirman a los micro-torquímetros mecánicos de Si de alta sensibilidad como herramientas apropiada para la medición de propiedades magnéticas en la micro-escala. Con la utilización del diseño de micro-oscilador B5 se detectaron torques de  $\approx 2.4 \cdot 10^{-13} \text{ N} \cdot \text{m}$ , correspondientes a momentos magnéticos de  $\approx 2.4 \cdot 10^{-13} \text{ A} \cdot \text{m}^2$  ( $2.4 \cdot 10^{-10} \text{ emu}$ ) en un campo magnético de 1 T.

Las medidas realizadas en un rango angular acotado de  $\theta_H$  en torno al eje  $\hat{c}$  para distintos campos magnéticos aplicados, ponen en evidencia la aparición de una magnetización transversal para temperaturas por debajo de una temperatura característica  $T^*$  de cada campo. Indican una discontinuidad en la derivada de la magnetización consistente con una transición de segundo orden.

Para 2 T observamos que el comportamiento angular de  $T^*$  es en forma de cúspide característica de las predicciones de Nelson y Vinokur y acordes con lo obtenido de medidas de transporte. Finalmente el estudio de  $T^*$  en función del campo para un ángulo  $\theta_H$  cercano a cero revela un diagrama de fases H-T consistente con las medidas de transporte realizadas anteriormente en el laboratorio sobre muestras similares.

Hemos presentado evidencia experimental de la características de la transición del vidrio de Bose en el sistema de vórtices sobre cristales de alta calidad de YBCO. La temperatura y la dependencia angular de la respuesta magnética obtenida mediante micro-magnetómetros torsionales de Si es completamente consistente con una transición continua en  $T_{BG}$  y corresponde a la aparición de una magnetización espontánea que apantalla la componente perpendicular del campo magnético. Una mayor evidencia experimental podría ser obtenida midiendo la dependencia angular del calor específico.

## PARTE V

# **Conclusiones Generales**





## Conclusiones Generales

A través de esa tesis hemos estudiado el efecto que tienen potenciales planares desordenados generados por la presencia de maclas, sobre el sistema de vórtices variando la magnitud y dirección del campo magnético. En estas condiciones, hemos medido la respuesta termodinámica de la red de vórtices a través de medidas de magnetización en diferentes direcciones lo que aporta información acerca de la riqueza de las fases debidas a este tipo de potencial correlacionado y el tipo de transiciones que las separan.

Para realizar las medidas diseñamos, fabricamos y caracterizamos dispositivos micro-electro-mecánicos (MEMS) para que tuvieran la sensibilidad óptima para las medidas que deseábamos realizar. A partir de un modelo de capacitor variable, encontramos una expresión de la capacidad eléctrica en función del ángulo de rotación de la paleta del sensor. Esto no sólo nos permitió estudiar la estabilidad del sensor definida desde el análisis del efecto de *pull-in* presente en este tipo actuadores, sino que también nos permitió extraer la información relevante para obtener una caracterización magnética de la muestra superconductora. El resultado final de esta parte es la obtención de un torquímetro de alta sensibilidad que opera en rango angular estable dentro de las desalineaciones del campo magnético externo con respecto al eje  $\hat{c}$  de la muestra.

La técnica de corte usando *focused ion beam* no sólo nos permitió caracterizar los dispositivos MEMS fabricados sino que fue usada para fabricar con éxito discos de  $100\text{ }\mu\text{m}$  de diámetro y de entre  $7$  a  $10\text{ }\mu\text{m}$  de espesor sin modificar sus propiedades superconductoras como fue corroborado usando medidas con el magnetómetro de SQUID y la técnica de decoración magnética de Bitter. Estos discos poseen un volumen del orden de  $7.55 \cdot 10^{-14}\text{ m}^3$  lo que corresponde a una masa de  $0.49\text{ ng}$ .

Finalmente, hemos estudiando la respuesta magnética del sistema oscilador-muestra para distintos valores y direcciones del campo magnético aplicado. Presentamos evidencia experimental de las características termodinámicas de la transición de Bose glass en sistemas de vórtices sobre cristales de YBCO de alta calidad con maclas. La dependencia en temperatura y ángulo de la respuesta magnética medida por un micro-oscilador de Si de alta sensibilidad es completamente consistente con una transición continua en  $T_{BG}$  y corresponde a la aparición de un apantallamiento magnético espontáneo de la componente perpendicular del campo magnético.

Así como las medidas de Schilling *et al.* [28] terminaron por confirmar la naturaleza de la transición de primer orden sugeridas por medidas de magnetización [27] y transporte [26], pensamos que una medida de la dependencia angular del calor específico aportaría evidencia irrefutable del orden de la transición del vidrio de

Bose.

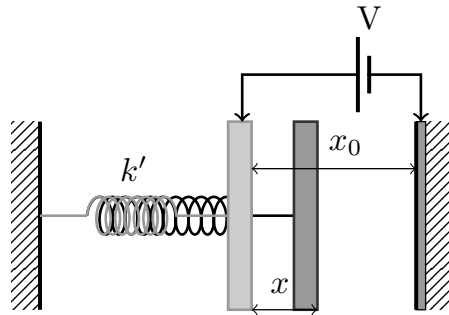
Pendientes quedan aún la medición del efecto Meissner transversal y distintas propiedades termodinámicas para muestras superconductoras con defectos columnares irradiados en un determinado ángulo respecto del eje  $\hat{c}$ , tal como las medidas de magnetización de Silhanek realizadas en el laboratorio [119]. Por otro lado, la implementación de torquímetros de mayor constante de torsión  $k$ , nos permitirá estudiar la respuesta magnética en un rango angular mayor y para campos magnéticos aplicados de mayor magnitud.

# Estudio del *pull-in* para el actuador de placas paralelas

En el Capítulo 4 se obtuvieron las expresiones para el voltaje de *pull-in* para el caso de actuadores torsionales partiendo de un balance de energías en una aproximación cuasi-estática. A continuación, siguiendo el mismo análisis obtenemos las expresiones equivalentes para los actuadores de placas paralelas en una configuración tradicional. Posteriormente abordamos una configuración alternativa que consiste en una placa móvil entre placas paralelas.

## A.1 Configuración tradicional del actuador de placas paralelas

Consideramos una capacitor formado por una placa fija y una placa móvil, la cual está ligada a la parte fija mediante un resorte de constante elástica  $k'$  (del modo de flexión) como se muestra en la figura A.1. Entre ambas placas de área  $A$  se aplica un voltaje  $V$  y la distancia de equilibrio a voltaje cero es  $x_0$ . El voltaje aplicado genera una fuerza atractiva entre las placas que produce un desplazamiento  $x$  de la placa móvil.



**Figura A.1:** Modelo de actuador simple de placas paralelas.

La energía total del sistema es la suma de la energía elástica del resorte más la

energía electrostática debido a la tensión  $V$  aplicada.

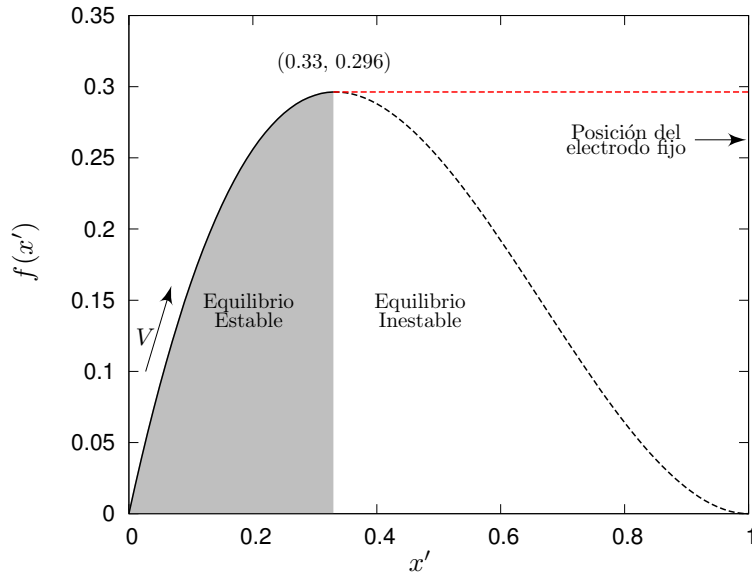
$$E_T = \frac{1}{2}k'x^2 - \frac{1}{2}\frac{\epsilon_0 A}{(x_0 - x)}V^2 \quad (\text{A.1})$$

Si normalizamos con  $x' = x/x_0$ ,  $E' = E/\frac{1}{2}k'x_0^2$ :

$$E'_T = x'^2 - \frac{\epsilon_0 A}{k'x_0^3(1 - x')}V^2 \quad (\text{A.2})$$

y llamando  $V' = \sqrt{\frac{\epsilon_0 A}{k'x_0^3}}V$ :

$$E'_T = x'^2 - \frac{V'^2}{(1 - x')}$$



**Figura A.2:** Curva de equilibrio cuasi-estático para un actuador de placas paralelas a partir de la expresión A.4. La flecha indica la evolución de las posiciones de equilibrio incrementando del voltaje hasta que el sistema se vuelve inestable en el punto  $(0.33, 0.296)$ .

Derivando e igualando a cero para encontrar el equilibrio de fuerzas:

$$\frac{dE'_T}{dx'} = 2x' - \frac{V'^2}{(1 - x')^2} = 0 \quad (\text{A.3})$$

que podemos escribir como

$$V'^2 = 2x'(1 - x')^2 \quad (\text{A.4})$$

La función  $f(x') = 2x'(1 - x')^2$  tiene en el intervalo  $[0, 1]$  un máximo ubicado en  $x' = 1/3$ ,  $f(1/3) = 8/27 \approx 0.296$ . La figura A.2 muestra esta dependencia

indicando el punto a partir del cual el sistema se vuelve inestable (experimenta una bifurcación), haciendo que la paleta repentinamente se pegue al electrodo.

Esto implica que hay soluciones reales en este intervalo solo para  $V'^2 \leq \frac{8}{27}$ . Para valores mayores de  $V'$  el sistema no tiene soluciones reales y es inestable con el mínimo de energía cuando  $x' = x_0$ .

Definimos entonces para el modelo de actuador de placas paralelas bajo condiciones cuasi-estáticas, un voltaje crítico (Voltaje de *Pull-in*) dado por

$$V'_{pi} = \frac{2}{3} \sqrt{\frac{2}{3}} \quad (\text{A.5})$$

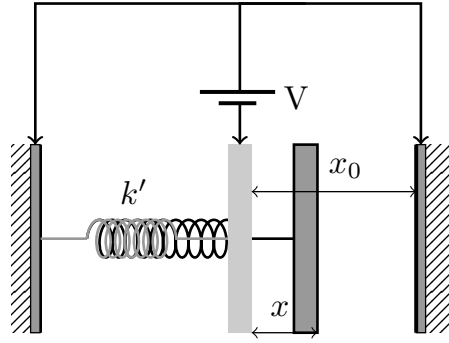
que implica

$$V_{pi,1} = \sqrt{\frac{8k'x_0^3}{27\epsilon_0 A}} \quad (\text{A.6})$$

tal como es presentado en la referencia [78].

## A.2 Configuración Alternativa: Placa móvil entre placas paralelas

En este caso la placa móvil del capacitor se encuentra entre dos placas paralelas fijas y se aplica una diferencia de potencial  $V$  entre la parte móvil y las fijas.



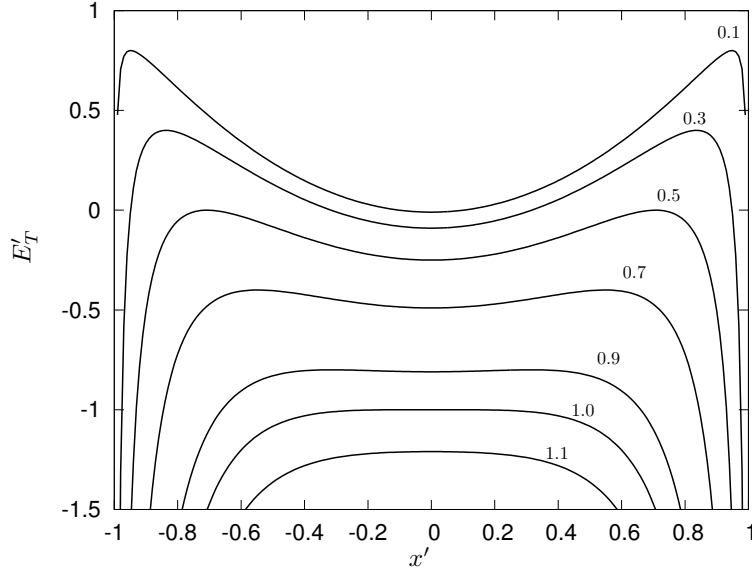
**Figura A.3:** Configuración alternativa de placas paralelas

En este caso la energía del sistema es:

$$E_T = \frac{1}{2}k'x^2 - \frac{1}{2}\epsilon_0 AV^2 \left( \frac{1}{(x_0 - x)} + \frac{1}{(x_0 + x)} \right) \quad (\text{A.7})$$

Usando la misma normalización  $x' \rightarrow x/x_0$ ,  $E'_T \rightarrow E_T/\frac{1}{2}kx_0^2$  y  $V' \rightarrow \sqrt{\frac{2\epsilon_0 A}{kx_0^3}}V$

$$E'_T = x'^2 - \frac{V'^2}{(1 - x'^2)} \quad (\text{A.8})$$



**Figura A.4:** *Energía total normalizada para la configuración alternativa. El sistema permanece en  $x = 0$  salvo que se realice un trabajo externo para llevarlo a un régimen de inestabilidad. Cuando una muestra magnética es montada en este sensor, el trabajo externo puede ser realizado por una fuerza debido al gradiente del campo magnético.*

La figura A.4 muestra el comportamiento para  $E'_T$  para esta configuración alternativa. La derivada de la expresión A.8 es:

$$\frac{dE'_T}{dx'} = 2x' \left( 1 - \frac{V'^2}{(1-x'^2)^2} \right) = 0 \quad (\text{A.9})$$

que tiene como solución  $x'_1 = 0$  y  $x'_2 = \sqrt{1-V'}$  evaluando la segunda derivada:

$$\frac{d^2E'_T}{dx'^2} = 2 - \frac{2V'^2}{(1-x'^2)^2} - \frac{8x'^2V'^2}{(1-x'^2)^3}$$

$$\frac{d^2E'_T}{dx'^2}(0) = 2(1-V'^2)$$

o sea que es un mínimo para  $V' < 1$

y

$$\frac{d^2E'_T}{dx'^2}(\sqrt{1-V'}) = -\frac{8(1-V')}{V'}$$

que siempre es un máximo.

Para esta configuración alternativa podemos definir un voltaje de pull-in  $V' = 1$

6

$$V_{pi,2} = \sqrt{\frac{kx_0^3}{2\epsilon_0 A}} \quad (\text{A.10})$$

En relación al voltaje presentado en la primera configuración tenemos que la inestabilidad es alcanzada para un voltaje mayor

$$V_{pi,2} \approx 1.3V_{pi,1}$$

A diferencia del caso clásico de un capacitor de dos placas, el capacitor está en su posición de equilibrio  $x = 0$  hasta que repentinamente en  $V' = 1$  salta a  $x = \pm x_0$ . También podemos definir una constante elástica efectiva

$$k'_{ef} = 2(1 - V'^2)$$

que implica

$$k_{ef} = k - \frac{2\epsilon_0 A}{x_0^3} V^2 = k \left( 1 - \frac{V^2}{V_{pi}^2} \right)$$



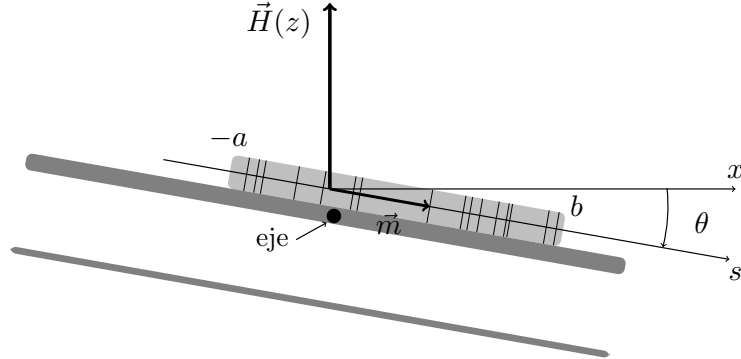


## Estudio de la asimetría de la muestra

Otra de las dificultades que se presentan cuando montamos el disco en la paleta del sensor, es que en general la muestra no queda perfectamente simétrica al eje de rotación del magnetómetro. En este apéndice calculamos la influencia de esta asimetría en las medidas de torque teniendo en cuenta la influencia del gradiente del campo magnético.

### B.1 Asimetría

Sea una muestra cuadrada de  $(a+b)$  de lado y espesor  $T$ , uniformemente magnetizada y en presencia de un campo magnético en la dirección  $\hat{z}$  y que depende de  $z$ , tal como se muestra en la figura B.1. El eje de rotación coincide con el eje  $y$ .



**Figura B.1:** Esquema de la posición de la muestra montada en el micro-magnetómetro en relación al campo magnético aplicado. La muestra es montada asimétrica respecto al eje de torsión del sensor coincidente con el  $y$ .

En la aproximación  $\theta \ll 1$  la energía de toda la varilla es

$$E(\theta) = -(b+a)t \int_{-a}^b ds \vec{m} \cdot \vec{H}(z) \approx -(b+a)t \int_{-a}^b ds m(H_0 + \gamma s \theta) \quad (\text{B.1})$$

donde  $\gamma \equiv dH/dz$  es el gradiente de campo en la zona de la muestra,  $\vec{H} = \hat{z}H(z) \approx \hat{z}(H_0 - \gamma z)$ , y suponemos la magnetización totalmente acostada sobre la varilla  $\vec{m} = m\hat{s} \approx m\hat{x}$ .

Podemos entonces calcular

$$\begin{aligned}
E(-\theta) &= -(b+a)t \int_{-a}^b ds m(H_0 - \gamma s \theta) \theta = E(\theta) + 2(b+a)t\gamma m \theta^2 \int_{-a}^b ds s \\
&= E(\theta) + (b+a)t\gamma m(b^2 - a^2)\theta^2 = E(\theta) + V\gamma m(b-a)\theta^2 \quad (\text{B.2})
\end{aligned}$$

donde hemos usado que la magnetización del superconductor es asimétrica  $m(\theta) = -m(-\theta) = m$ . Definiendo  $V = (b+a)^2 t$  el torque es

$$\tau(\theta) = -\partial_\theta E(\theta) = -\tau(-\theta) + 2V\gamma m(b-a)\theta + (\partial_\theta m)V\gamma(b-a)\theta^2 \quad (\text{B.3})$$

Despreciando el último término la asimetría en el torque es

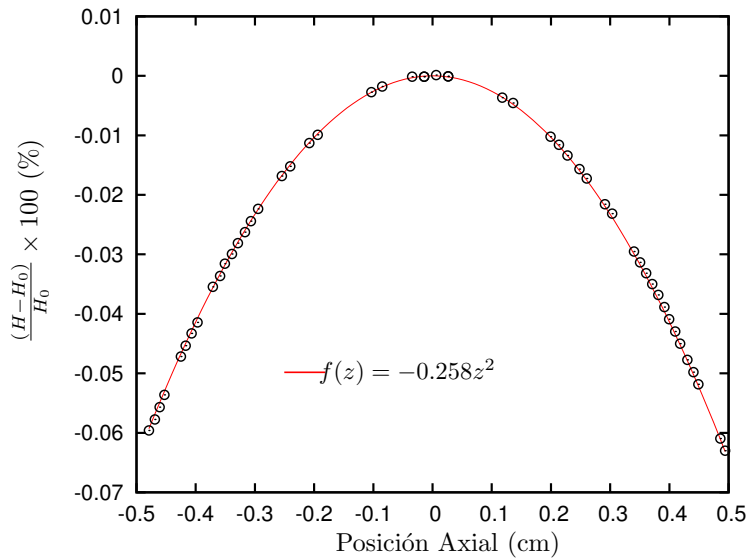
$$\boxed{\tau(\theta) + \tau(-\theta) = 2Vm\gamma(b-a)\theta}. \quad (\text{B.4})$$

y está controlada por el gradiente de campo en la dirección  $z$  y por la posición no centrada del eje de rotación. Podemos observar que la corrección es prácticamente lineal en el ángulo  $\theta$ .

## B.2 Comparación con los valores medidos

Desde la ecuación del torque magnético tenemos que

$$\tau_0 = mH_0V \approx \kappa\alpha_0 \quad (\text{B.5})$$



**Figura B.2:** Homogeneidad de campo magnético en función de la posición axial  $z$ .  $f(z)$  representa el ajuste de los datos experimentales obtenidos desde Ref. [104].

así la asimetría, a la que nos referiremos como  $\delta\alpha$ , puede expresarse directamente en el observable  $\alpha$  como

$$\delta\alpha = 2(\gamma/H_0)\alpha_0(b-a)\theta \quad (\text{B.6})$$

El gradiente de campo es estimado desde el ajuste de los datos de la figura B.2, por lo tanto tenemos que:

$$\gamma/H_0 \approx (5 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^{-2}) z_0 = (0.1 \text{ m}^{-1}) \quad (\text{B.7})$$

donde  $H_0$  es la magnitud del campo en  $z_0 \approx 0.2$  cm, que es la altura promedio de la muestra con respecto al centro de la parábola que describe la homogeneidad del campo magnético y el ángulo  $\alpha_0 \approx 3 \cdot 10^{-2} (^{\circ})$ . Usando que  $(b-a) = (50 \cdot 10^{-6} \text{ m})$  la asimetría en  $\alpha$  queda

$$\begin{aligned} \delta\alpha &= 2(\gamma/H_0)\alpha_0(b-a)\theta \sim 2(0.1 \text{ m}^{-1})3 \cdot 10^{-2}(50 \cdot 10^{-6} \text{ m}) \\ &\sim 10^{-8} \end{aligned} \quad (\text{B.8})$$

Comparemos ahora con la asimetría observada para  $\theta = \pm 1.4^{\circ}$ , y  $H_0 \approx 2T$  (Figuras 7.10 y 7.11).

$$\begin{aligned} \alpha(-\theta) &\approx -0.027^{\circ} \\ \alpha(\theta) &\approx 0.030^{\circ} \end{aligned} \quad (\text{B.9})$$

Por lo tanto la asimetría es  $\delta\alpha \approx 10^{-3}$ , **cuatro órdenes de magnitud mayor que lo predicho.**

En conclusión, para el disco superconductor medido la influencia de la asimetría no es apreciable para producir un efecto considerable en el torque medido. Sin embargo, en muestras con mayor momento magnético la influencia del gradiente del campo en las medidas puede ser apreciable y debería tenerse en cuenta en el diseño del sensor.



# Bibliografía

- [1] J. Moreland, A. Jander, J.A. Beall, P. Kabos, and Stephen E. Russek. *Magnetics, IEEE Transactions on*, 37:2770–2772, 2001.
- [2] J. Moreland. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 36, 2003.
- [3] W. Wernsdorfer, B. Doubin, K. Hasselbach D. Mailly, A. Benoit, J. Meier, J. P. Ansermet, and F. Barbara. *Phys Rev Lett*, 77:1873, 1996.
- [4] H. Zijlstra. *Review of scientific instruments*, 41:1241, 1970.
- [5] D. E. Farrell, J. P. Rice, D. M. Ginsberg, and J. Z. Liu. *Phys. Rev. Lett.*, 64:1573–1576, 1990.
- [6] Gyorgy E. M., van Dover R. B., Schneemeyer L. F., White A. E. and O'Bryan H. M., Felder R. J., Waszczak J. V., Rhodes W. W., and Hellman F. *Appl. Phys. Lett.*, 56:2465, 1990.
- [7] A. A. Zhukov, G. K. Perkins, J. V Thomas, A. D. Caplin, H Küpfer, and T Wolf. *Phys. Rev. B*, 56:3481, 1997.
- [8] C. J. van der Beek, M. Konczykowski, L. Fruchter, R. Brusetti, T. Klein, J. Marcus, and C. Marcenat. *Phys. Rev. B*, 72:214504, 2005.
- [9] C. A. Bolle, V. Aksyuk, F. Pardo, P. L. Gammel, E. Zeldov, E. Bucher, R. Boie, D. J. Bishop, and D. R. Nelson. *Nature*, 399:43, 1999.
- [10] C. Rossel, M. Willemín, A. Gasser, H. Bothuizen, G. I. Meijer, and H. Keller. *Rev. Sci. Instrum.*, 69:3199, 1998.
- [11] D. López, F. Pardo, C. Bolle, R. S. Decca, and D. Bishop. *J. of Low Temperature Physics*, 135:51, 2004.
- [12] P. Papon, J. Leblond, and P.H.E. Meijer. *The Physics of Phase Transitions. Concepts and Applications*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2006.
- [13] H. E. Stanley. *Introduction to Fase Transitions and Critical Phenomena*. International Series of monographs on Physics 1<sup>st</sup> ed. ( Oxford Science Publications New York-Oxford), 1971.
- [14] S. A. Grigera. *Transiciones de Fase en la red de vórtices de los superconductores de alta temperatura crítica*. Tesis Doctoral, Instituto Balseiro - UNC - CNEA, 1999 (*unpublished*).

- [15] V. Ginzbug and L. Landau. *Zh. Eksperim. i Teor Fiz.*, 20:1064, 1950.
- [16] J. Bardeen, L. Cooper, and J. Schiereffer. *Physical Review*, 108:1175, 1957.
- [17] A. Abrikosov. *Zh. Eksperim. i Teor Fiz.*, 32:1442, 1957.
- [18] J. G. Bednorz and K. A. Müller. *Z. Phys. B*, 64:189, 1986.
- [19] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin, and V. M Vinokur. *Rev. Mod. Phys.*, 66:1125, 1994.
- [20] M. Tinkham. *Introduction to Superconductivity, International series in pure and applied physics, 2nd ed.* McGraw- Hill, New York, 1996.
- [21] E. Brézin, D. R. Nelson, and A. Thiaville. *Phys. Rev. B*, 31:7124, 1985.
- [22] D. R. Nelson. *Phys. Rev. Lett.*, 60:1973, 1988.
- [23] P. L. Gammel, G. J. Dolan, J. R. Kwo, C. A. Murray, L. F. Schneemeyer, J. Wszczak, and D. J. Bishop. *Phys. Rev. Lett.*, 59:2592, 1987.
- [24] R. H. Koch, V. Foglietti, W. J. Gallagher, G. Koren, A. Gupta, and M. P. A. Fisher. *Phys. Rev. Lett.*, 63:1511–1514, 1989.
- [25] P. L. Gammel, L. F. Schneemeyer, and D. J. Bishop. *Phys. Rev. Lett.*, 66:953–956, 1991.
- [26] H. Safar, P. L. Gammel, D. A. Huse, D. J. Bishop, J. P Rice, and D. M. Ginsberg. *Phys. Rev. Lett.*, 69:824, 1992.
- [27] H. Pastoriza, M. F. Goffman, A. Arribere, and F. de la Cruz. *Phys. Rev. Lett.*, 72:2951, 1994.
- [28] A. Schilling, R. A. Fisher, N. E. Phillips, U. Welp, D. Dasgupta, W. K. Kwok, and G. W. Cabtree. *Nature*, 382:791, 1996.
- [29] Thomas Nattermann. *Phys. Rev. Lett.*, 64:2454–2457, 1990.
- [30] Thierry Giamarchi and Pierre Le Doussal. *Phys. Rev. Lett.*, 72:1530–1533, 1994.
- [31] Thierry Giamarchi and Pierre Le Doussal. *Phys. Rev. B*, 52:1242–1270, 1995.
- [32] M. P. A. Fisher. *Phys. Rev. Lett.*, 62:1415–1418, 1989.
- [33] Daniel S. Fisher, Matthew P. A. Fisher, and David A. Huse. *Phys. Rev. B*, 43:130–159, 1991.
- [34] David R. Nelson and V. M. Vinokur. *Phys. Rev. Lett.*, 68:2398–2401, 1992.
- [35] D. R. Nelson and V. M. Vinokur. Boson localization and correlated pinning of superconducting vortex arrays. *Phys Rev. B*, 48:13060, 1993.

- [36] L. Civale, A. D. Marwick, T. K. Worthington, M. A. Kirk, J. R. Thompson, L. Krusin-Elbaum, Y. Sun, J. R. Clem, and F. Holtzberg. *Phys. Rev. Lett.*, 67:648, 1991.
- [37] W. K Kwok, U Welp, G. W. Crabtree, K. G. Vandervoort, R. Hulshear, and J. Z. Liu. *Phys. Rev. Lett.*, 64:966, 1990.
- [38] T. K. Worthington, W. J Gallagher, D. L. Kaiser, F. H. Holtzberg, and T. R Dinger. *Physica C*, 153:32, 1988.
- [39] Matthew P. A. Fisher, Peter B. Weichman, G. Grinstein, and Daniel S. Fisher. *Phys. Rev. B*, 40:546–570, 1989.
- [40] B. A. Maiorov. *Transiciones de Fase y Dinámica de vórtices en  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  con maclas*. Tesis Doctoral, Instituto Balseiro - UNC - CNEA, 2003 (*unpublished*).
- [41] E. B. Sonin. *Phys. Rev. B*, 48:10487–10497, Oct 1993.
- [42] W. Jiang, N.-C. Yeh, D. S. Reed, U. Kriplani, D. A. Beam, M. Konczykowski, T. A. Tombrello, and F. Holtzberg. *Phys. Rev. Lett.*, 72:550–553, 1994.
- [43] David R. Nelson and V. M. Vinokur. *Phys. Rev. B*, 61:5917–5919, 2000.
- [44] S. A. Grigera, E. Morr , E. Osquiguil, C. Balseiro, G. Nieva, and F. de la Cruz. *Phys. Rev. Lett.*, 81:2348–2351, 1998.
- [45] B. Maiorov and E. Osquiguil. *Phys. Rev. B*, 64:052511, 2001.
- [46] B. Brown. *Phys. Rev. B*, 61:3267–3269, 2000.
- [47] A. W. Smith, H. M. Jaeger, T. F. Rosenbaun, A. M Petrean, W. K Kwok, and G. W. Crabtree. *Phys. Rev. Lett.*, 84:4974, 2000.
- [48] A. W. Smith, H. M. Jaeger, T. F. Rosenbaun, W. K Kwok, and G. W. Crabtree. *Phys. Rev. B*, 63:064514, 2001.
- [49] M. Oussena, P. A. J. de Groot, K. Deligiannis, A. V. Volkozub, R. Gagnon, and L. Taillefer. *Phys. Rev. Lett.*, 76:2559–2562, 1996.
- [50] M. I. Dolz. *Medici n de superconductores Mesosc picos mediante micro-electro-m quinas*. Tesis Doctoral, Instituto Balseiro - UNC - CNEA, 2009 (*unpublished*).
- [51] D. Antonio. *Magnet metros de alta sensibilidad implementandos con micro-osciladores mec nicos*. Tesis Doctoral, Instituto Balseiro - UNC - CNEA, 2009 (*unpublished*).
- [52] R. S. Decca, D. L pez, E. Fischbach, and D. E. Krause. *Phys. Rev. Lett.*, 91:050402, 2003.

- [53] V. Aksyuk, F. F. Balakirev, G. S. Boebinger, P. L. Gammel, R. C. Haddon, and D. J. Bishop. *Science*, 280:720, 1998.
- [54] H. B. Chan, V. A. Aksyuk, R.Ñ. Kleiman, D. J. Bishop, and F. Capasso. *Science*, 291:1941, 2001.
- [55] H. B. Chan, V. A. Aksyuk, R.Ñ. Kleiman, D. J. Bishop, and F. Capasso. *Phys. Rev. Lett.*, 87:211801, 2001.
- [56] M. D. Chabot, J. M. Moreland, L. Gao, S. H. Liou, and C. W. Miller. *J. Microelectromech. Syst.*, 14:1118, 2005.
- [57] G. Barillaro, A. Molfese, A.Ñannini, and F. Pieri. *J. Micromech. Microeng.*, 15:736–746, 2005.
- [58] D. Antonio and H. Pastoriza. *J. Microelectromech. Syst.*, 18:1396, 2009.
- [59] N. La Forgia. *Medición de superconductores Mesoscópicos mediante micro-electro-máquinas*. Tesis de Maestría, Instituto Balseiro - UNC - CNEA, 2006 (*unpublished*).
- [60] MEMSCAP Inc. 4021 Stirrup Creek Drive, Durham, NC 27703, USA <http://www.memscap.com>.
- [61] J. Carter, A. Cowen, B. Hardy, R. Mahadevan, M. Stonefield, and S. Wilcenski. *Poly MUMPS Design Handbook*. MEMSCAP, 2005.
- [62] *Multiphysics*, C. Comsol. Inc., Burlington, MA. <http://www.comsol.com>.
- [63] *Thin-Film Resonator. COMSOL MEMS Module Model Library, COMSOL Multiphysics 4.2*.
- [64] Lucille A. Giannuzzi and Fred A. Stevie. *Introduction to Focused Ion Beams Instrumentation, Theory, Techniques and Practice*. Springer Science, Boston, 2005.
- [65] PolyMUMPs Run Data. RUN #98 y #105. <http://www.memscap.com/products/mumps/polymumps/reference-material>.
- [66] O.Ñ Pierron, D. D. Macdonald, and Muhlstein C. L. *Applied Physics Letters*, 86:211919, 2005.
- [67] J. Y Kim and C. J Kim. *IEEE Micro. Electro. Mechanical Systems Workshop, Japan*, 1997.
- [68] S. D. Senturia. *Microsystem Design*. Kluwer Academic Publishers, 2001.
- [69] M. C. Roggeman, V. M. Bright, B. M. Welsh, S. R. Hick, P. C. Roberts, W. D. Cowan, and J. H. Comtois. *Optical Engineering*, 36(5):1326–1338, 1997.
- [70] V A Aksyuk, F. Pardo, and D. J Bishop. *Proc. SPIE*, 3680:984, 1999.



- [71] Olszak, A., Schmit, J., Heaton, M. . Interferometry: technology and applications. Application Note AN47, Veeco Instruments, Inc, 2010.
- [72] M. Dolz, D. Antonio, and H. Pastoriza. *Physica B*, 398:329, 2007.
- [73] H C Qiu, P. Schwarz, H Völlm, D Feili, X Z Wu, and H Seidel. *J. Micromech. Microeng.*, 23:045007, 2013.
- [74] J. P. Davis, D. Vick, P. Li, S. K.Ñ. Portillo, A. E. Fraser, J. A. J. Burgess, D. C. Fortin, W. K. Hiebert, and M. R. Freeman. *Journal of Applied Physics*, 109, 2011.
- [75] H. Miao, K. Srinivasan, and V. Aksyuk. *New J. Phys.*, 14:075015, 2012.
- [76] W. H. Press, S. A. Teukolsky, W. T. Vetterling, and B. P. Flannery. *Numerical Recipes in C*. (Segunda Edición. Cambridge University Press) p 355-372., 1992.
- [77] W. Zhang, H. Yan, Z. Peng, and G. Meng. *Sensors and Actuators A*, 214:187, 2014.
- [78] G.Ñ. Nielson and G. Barbastathis. *J. Microelectromech. Syst.*, 15:811, 2006.
- [79] K. B. Lee. *J. Micromech. Microeng.*, 17:1853, 2007.
- [80] R. Sattler, F. Plötz, G. Fattinger, and G. Wachutka. *Sens. Actuators A, Phys.*, 97:337, 2002.
- [81] Epoxy de plata EPO-TEK<sup>®</sup> H20E. <http://www.epotek.com>.
- [82] Manual de Usuario: AH2700A 50 Hz - 20 kHz Ultra-Precision Capacitance Bridge 2003. <http://www.andeen-hagerling.com/ah2700a.htm>.
- [83] G. M. Schmiedeshoff *et al.* *Rev. Sci. Inst.*, 77:123907, 2006.
- [84] T. Sakakibara, H. Mitamura, T. Tayama, and H. Amitsuka. *J. J. of Appl. Phys.*, 33:5067, 1994.
- [85] P. Strehlow, C. Enss, and S. Hunklinger. *Phys. Rev. Lett.*, 80:5361, 1998.
- [86] Manual de Usuario: General Ratio Company. GR 1616 Precision Capacitance Bridge 1978.
- [87] L. Li. *Torque Magnetometry in Unconventional Superconductors*. PhD Princeton University, 2008.
- [88] A. A. Zhukov, H. Küpfer, H. Claus, H. Wühl, M. Kläser, and G. Müller-Vogt. *Phys. Rev. B*, 52:R9871–R9874, 1995.
- [89] Donglu Shi, M S Boley, J G Chen, Ming Tang, U Welp, W K Kwok, and B Malecki. *Supercond. Sci. Technol.*, 2:255, 1989.
- [90] S. Reyntjens and R. Puers. *J. Micromech. Microeng.*, 11:287, 2001.

- [91] F. de la Cruz, D. Lopez, and G.Ñieva. *Philos. Mag. B*, 70:773, 1994.
- [92] 3M XYZ-Axis Electrically Conductive Tape 9712. <http://www.tedpella.com>.
- [93] H. Shiga, Y. Soutone, and Y Okabe. *IEEE Transactions on Appl. Supercond.*, 9:2, 1999.
- [94] F. Bitter. *Phys. Rev.*, 38:1903, 1931.
- [95] U. Essmann and H. Traüble. *Phys. Letters*, 24:526, 1967.
- [96] L. Ya Vinnikov, L. A. Gurevich, G. A. Yemelchenko, and Y. A. Ossipyan. *Solid State Commun*, 67:421, 1988.
- [97] I. V. Grigorieva, L. A. Gurevich, and L. Ya Vinnikov. *Physica C*, 195:327, 1992.
- [98] P. L. Gammel, C. A. Durán, D. J. Bishop, V. G. Kogan, M. Ledvij, A. Yu. Simonov, J. P. Rice, and D. M. Ginsberg. *Phys. Rev. Lett.*, 69:3808–3811, 1992.
- [99] J. A. Herbsommer, G.Ñieva, and J. Luzuriaga. *Phys. Rev B*, 62:3534, 2000.
- [100] M. Leghissa, L. A. Gurevich, M. Kraus, G. Saemann-Ischenko, and L. Ya. Vinnikov. *Phys. Rev. B*, 48:1341–1344, 1993.
- [101] F. Pardo, F. de la Cruz, P. L. Gammel, E. Bucher, and D. J. Bishop. *Nature*, 396:348, 1998.
- [102] M Menghini. *Transición de fase líquido-sólido de vórtices de primer orden con y sin cambio de simetría*. Tesis Doctoral, Instituto Balseiro - UNC - CNEA, 2003.
- [103] Y. Fasano. *Observación microscópica de transformaciones estructurales en la materia de vortices*. Tesis Doctoral, Instituto Balseiro - UNC - CNEA, 2003.
- [104] Manual de Usuario: O. Instruments (Oxford Inst, 1999).
- [105] Manual de Usuario: Model 3830 Multiplexer 2013.
- [106] N I Corporation, LabVIEW *User Manual* National Instruments Corporation 1998.
- [107] G. W. Crabtree and D. R Nelson. *Phys. Today*, 50:38, 1997.
- [108] R. H. Koch, V. Foglietti, and M. P. A. Fisher. *Phys. Rev. Lett.*, 64:2586–2586, 1990.
- [109] D Perez-Morelo and H Pastoriza. *J. Phys.: Conf. Ser.*, 568:022038, 2014.
- [110] J. W. Schmidt and M. R. Moldover. *Inter. J. of Thermophys.*, 24:375, 2003.
- [111] U. Welp, W. K. Kwok, G. W. Crabtree, K. G. Vandervoort, and J. Z. Liu. *Phys. Rev. Lett.*, 62:1908–1911, April 1989.

- [112] E. H. Brandt. *Phys. Rev. B*, 58:6506–6522, 1998.
- [113] Onuttom Narayan and A. P. Young. *American Journal of Physics*, 73(4):293–298, 2005.
- [114] M. E. Fisher and D. R. Nelson. *Phys. Rev. Lett.*, 32:1350–1353, 1974.
- [115] J. Lidmar and M. Wallin. *Europhys. Lett*, 47:494, 1999.
- [116] S. Fleshler, W. Kwok, U. Welp, V. M. Vinokur, M. K. Smith, and G. W. Downey, J. and Crabtree. *Phys. Rev. B*, 47:14448–14461, 1993.
- [117] U. Welp, S. Fleshler, W. K. Kwok, R. A. Klemm, V. M. Vinokur, J. Downey, B. Veal, and G. W. Crabtree. *Phys. Rev. Lett.*, 67:3180–3183, Nov 1991.
- [118] H. Safar, H. Pastoriza, F. de la Cruz, D. J. Bishop, L. F. Schneemeyer, and J. V. Waszczak. *Phys. Rev. B*, 43:13610–13613, 1991.
- [119] A. V. Silhanek. *Dinámica de vórtices en superconductores de alta temperatura crítica con defectos columnares y electrodinámica no-local en borocarburos*. Tesis Doctoral, Instituto Balseiro - UNC - CNEA, 2001 (*unpublished*).



# Trabajos Publicados

1. D. J. Perez Morelo and H Pastoriza, *Torque magnetometry in  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  single crystals using high sensitive micromechanical torsional oscillator* J. Phys. Conf. Ser., **568** (2014), p. 022038 [Article](#)
2. D. J. Perez Morelo, E. Osquiguil, A. B. Kolton, G. Nieva, I. W. Jung, D. O. López and H. Pastoriza, *Thermodynamic evidence for the Bose glass transition in twinned  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  crystals* Phys. Rev. B **92**, (2015) 020510(R) [Article](#)